平成２９年度
戦略的基盤技術高度化・連携支援事業
戦略的基盤技術高度化支援事業

「世界初の脆弱化合物層フリー・発光分析フィードバック(ESF)プラズマ窒化による，航空機部品向け高品質・高能率・クリーン深窒化プロセスの開発」

研究開発成果等報告書

平成３０年３月

担当局	中部経済産業局
補助事業者	公益財団法人富山県新世紀産業機構
間接補助事業者	株式会社北熱
	三晶エムイーシー株式会社
	富山県工業技術センター
	公立大学法人富山県立大学
	国立大学法人金沢大学

目　次

第１章　研究開発の概要
１－１　研究開発の背景・研究目的及び目標
１－１－１　研究開発の背景・研究目的
１－１－２　目標
１－２　研究体制
１－２－１　研究組織・管理体制
１－２－２　研究者氏名
１－２－３　協力者
１－３　成果概要
１－４　当該研究開発の連絡窓口
第２章　ESF プラズマ深窒化装置の開発
２－１　ホットウォール/バイポーラ DC プラズマ深窒化装置の設計・製作
２－２　発光分析フィードバック機構の組込み
２－３　ワーク温度モニタリング放射温度計の組込み
第３章　脆弱化合物層フリー高能率プラズマ深窒化条件の最適化
３－１　基本条件の最適化
３－２　フィードバック制御の最適化（発光分析フィードバック制御）
３－３　フィードバック制御の最適化（ワーク温度モニタリング放射温度計）
３－４　航空機部品向けプラズマ深窒化のサイクルタイム
３－５　鏡面金型向け脆弱化合物層フリー深窒化
３－６　脆弱化合物層フリー深窒化の事業化
第４章　超音波を用いた窒化層深さの非破壊検査法の開発
４－１　非破壊検査法の概要
４－２　平面における窒化層深さの非破壊検査
４－２－１　検量線の構築
４－２－２　検量線バラツキ要因の検討
４－２－３　音響異方性の検討

４－２－４　残留応力の影響
４－２－５　金属組織の影響
４－３　円筒内面における窒化深さの非破壊検査
４－３－１　検量線の構築
４－３－２　検量線バラツキ要因の検討
第５章　MSE 法による深窒化層の微細強度分布の評価
５－１　MSE 法の概要
５－２　実験方法
５－３　実験結果
５－３－１　窒化層全体を対象とした微粒子エロージョン試験
５－３－２　脆弱化合物層付近を対象とした微粒子エロージョン試験
第６章　精密内面研削によるプラズマ深窒化表面の高精度仕上げ
６－１　平面研削盤による基本条件
６－２　円筒内面の高精度仕上げ
第７章　深窒化層表面のマシニングセンタ研削とレーザコンディショニング
７－１　レーザコンディショニング
７－２　マシニングセンタ研削
第８章　全体総括

第１章　研究開発の概要

１－１　研究開発の背景・研究目的及び目標

１－１－１　研究開発の背景・研究目的

中国をはじめとするアジア，中東，中南米といった新興国の高い経済成長に伴って世界の航空機需要は大きく成長しており，同時に航空機技術も進化し続けている．最新鋭のボーイング 787 旅客航空機は優れた燃費性能を特徴としているが，これらは航空機を構成する様々な部品の高性能化が大きく貢献している．ジェットエンジン中圧圧縮機の構成部品 A は，高温雰囲気で超高速回転する必要があるため，窒化処理によって表面を硬化し耐摩耗性を向上させている．対象となる航空機ジェットエンジン中圧圧縮機の構成部品 A は，ガスの熱化学反応で深い窒化層（300～400μm）を形成する“ガス深窒化”が使用されている．本処理法は比較的安価な設備で容易に窒化層を生成できることを特徴としているが，深い窒化層を得るには長時間プロセスになること，温度制御が難しいこと，昇温時に不純物が生成されやすく変質部が生成されることが問題となる．また，大量の反応ガスを長時間使用する必要があることや，無電解銅メッキを用いた化学的なマスキングが必要なことから，様々な化学物質の排出が伴う．さらに，最表面に脆弱化合物層が生成され，その脆い特性から部分的な剥離やクラックが発生し，トラブルを引き起こす可能性がある．また，基材表面に付着するため，高精度な製品では変寸が問題となる．そのため，航空機ジェットエンジン部品では脆弱化合物層を除去することが求められるが，酸洗いによる除去が必要となり，腐食リスクが問題になる．

一方，グロー放電を利用して鋼の表面を窒化させる“プラズマ深窒化”は，プラズマのエネルギーで効率的に窒化反応が進行するためガス消費が少ないこと，機械的なマスキングが可能なので薬品を使用する必要がないことから，廃液を排出することなく，作業時間を短縮させることが可能である．航空機部品の窒化処理は，環境に優しいプラズマ窒化へ移行していくものと予測できる．本研究では，脆弱化合物の発生を抑制させながら，能率よく深い窒化層を得るため，発光分析フィードバック機構を備えた脆弱化合物層フリーESF(Emission Spectrometry Feedback)プラズマ深窒化装置を開発する．本装置は，発光分析機の CCD センサでプラズマ波長を捉え，装置を構成するヒータ，電源およびガス流量を自動制御することで最も効率の良い NH ラジカルを高密度に発生させる．本機構により，脆弱化合物層を発生させずに，サイクルタイムを 1／2 以下に短縮することを目指す．また，深窒化処理後の精密研削技術の開発，汎用マシニングセンタによる三次元研削法の開発，超音波を用いた

深窒化層の非破壊検査法の開発，MSE(マイクロスラリージェットエロージョン)法についても取り組み，航空機部品向けの新しい深窒化プロセスを完成させる（図 1）．現在の Nadcap 規格および航空機ジェットエンジンメーカー規格を満たしながら，環境に優しく，高能率で高品質を実現する深窒化プロセスを実現できれば，今後の航空機ジェットエンジンの進化に必要不可欠な技術として展開できるものと考える．

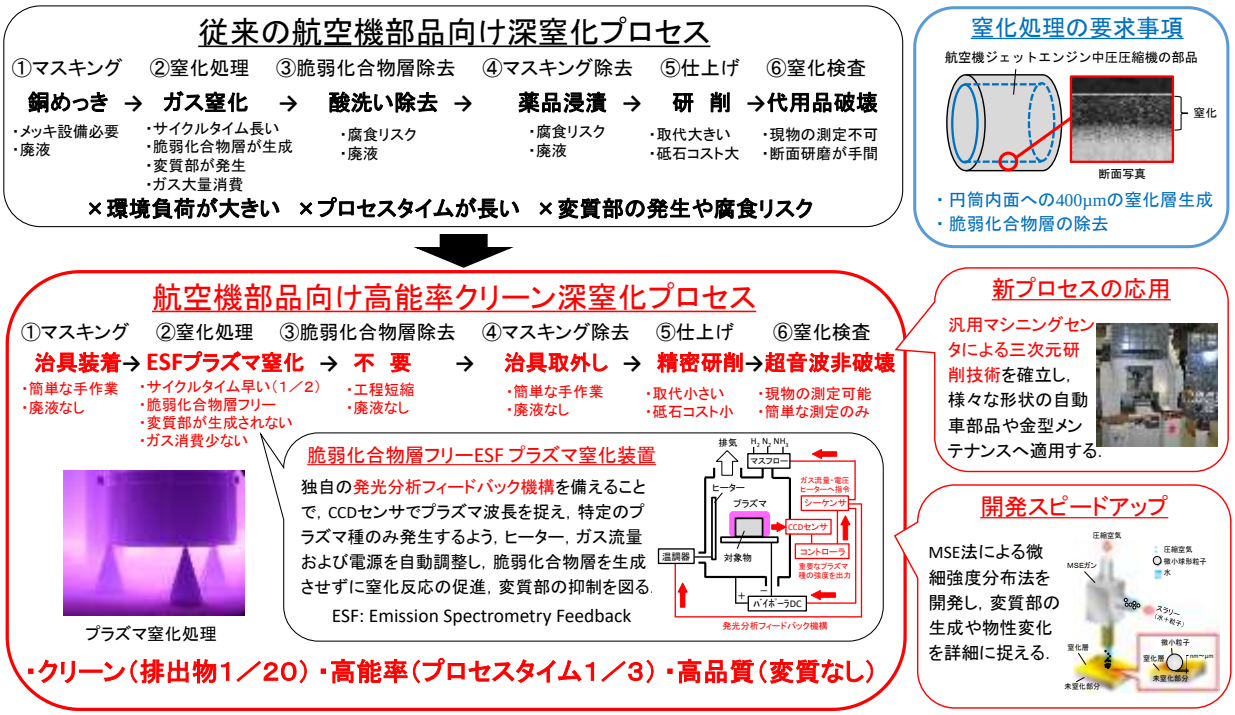


図 1　航空機ジェットエンジン部品向け深窒化プロセス

1－1－2　目標

本研究では，以下のサブテーマ①～⑥について取り組む．研究期間中に以下の目標値を達成し，プロセス全体でクリーン（排出物 1／20），高能率（プロセスタイム 1／2），高品質（変質なし）を実現する．

① ESF プラズマ深窒化装置の開発

ホットウォール/バイポーラプラズマ深窒化装置にフィードバック機構（発光分析および放射温度計）を組み込み，独自の ESF(Emission Spectrometry Feedback)プラズマ深窒化装置を完成させる．

② 脆弱化合物層フリー高能率プラズマ深窒化条件の最適化

ESF プラズマ深窒化装置の基本的な処理条件（ヒーター，反応ガス，バイポーラ電源）およびフィードバック制御機構（発光分析および放射温度計）を最適化し，脆弱化合物層フリー化およびサイクルタイム短縮 50%以上を達成する．

③　超音波を用いた窒化層の非破壊検査法の開発

航空機ジェットエンジン部品を想定した円筒内面に生成した深窒化層の非破壊検査を可能にする．従来の破壊検査に対し±5%以内の深窒化層深さ測定精度を目指す．

④　MSE 法による深窒化層の微細強度分布の評価

投射条件を調整して深い拡散浸透層および脆弱化合物層の微細（μm単位）な強度分布を調査する方法を確立し，窒化プロセスの高度化および開発期間の短縮につなげる．

⑤　精密内面研削によるプラズマ深窒化表面の高精度仕上げ

立形内面研削盤を活用するとともに，深窒化層の研削条件を最適化する．航空機ジェットエンジン部品を想定した円筒内面の取代（除去量）を 20μm 以下に小さくする．

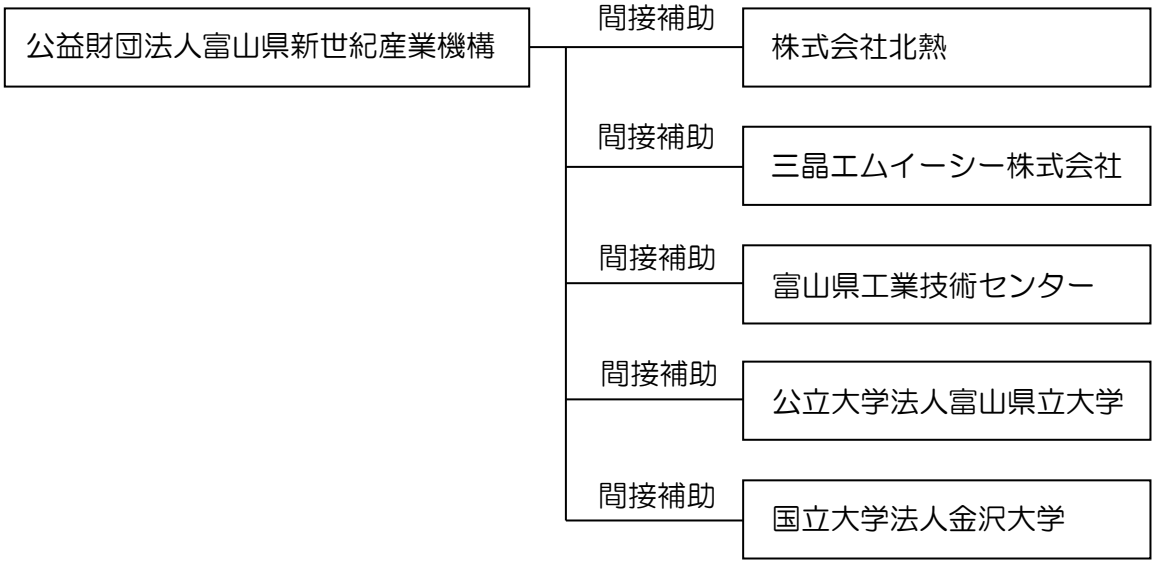
⑥　深窒化層表面のマシニングセンタ研削とレーザコンディショニング

内面研削盤より加工自由度が高い汎用マシニングセンタによる三次元研削法を検討し，円筒形状加工物において取代（除去量）を 50μm 以下に小さくする．また，砥石表面にレーザを照射することによって最適な作業面を創成・回復させる手法を考案する．

１－２　研究体制

１－２－１　研究組織・管理体制

事業管理機関



総括研究代表者（PL）	副総括研究代表者（SL）
所属：株式会社北熱	所属：三晶エムイーシー株式会社
役職：開発営業部　課長	役職：部品事業部　生産技術部　部長
氏名：嶋村 公二	氏名：吉川 一彦

１－２－２　研究者氏名

【事業管理機関】 公益財団法人 富山県新世紀産業機構

管理員

氏　名	所属・役職
角崎 雅博	産学官連携推進センター　部長
駒城 真人	産学官連携推進センター プロジェクト推進課 課長補佐
市田 聡	産学官連携推進センター プロジェクト推進課 主任
片桐 寛之	産学官連携推進センター プロジェクト推進課 主事

【間接補助事業者】

研究員

株式会社 北熱

氏　名	所属・役職
政 誠一	代表取締役社長
嶋村 公二	開発営業部　課長
山口 絵美	開発営業部　主任
中伏 裕太	開発営業部

三晶エムイーシー 株式会社

氏　名	所属・役職
吉川 一彦	部品事業部　生産技術部　部長
石田 和也	部品事業部　生産技術部　生産技術課

富山県工業技術センター

氏　名	所属・役職
山岸 英樹	ものづくり研究開発センター　主任研究員
柿内 茂樹	中央研究所　加工技術課　主任研究員
佐藤 智	ものづくり研究開発センター　研究員

公立大学法人 富山県立大学

氏　名	所属・役職
宮島 敏郎	工学部　機械システム工学科　准教授

国立大学法人 金沢大学

氏　名	所属・役職
細川 晃	理工研究域機械工学系・教授
小谷野 智広	理工研究域機械工学系・助教

１－２－３　協力者

アドバイザー

氏　名	所属・役職
内田 誠之	US航空技術コンサルタント事務所・所長
山内 昌彦	山内技術経営事務所・所長
鳥澤 雅之	株式会社ギフ加藤製作所・常務取締役

１－３　成果概要

① ESF プラズマ深窒化装置の開発

独自のフィードバック機構（発光分析および放射温度計）を有する ESF プラズマ深窒化装置を開発し，正常に動作させることができた．

② 脆弱化合物層フリー高能率プラズマ深窒化条件の最適化

開発した ESF プラズマ深窒化装置により，脆弱化合物層フリー深窒化が可能になり，サイクルタイム短縮は最大 18%に達した．サイクルタイム短縮目標 50%には届かなかったものの，脆弱化合物層フリー深窒化の具体的な事業化準備を進めることができた．今後も制御プログラムの開発を継続し，更なるサイクルタイム短縮を目指す．

③ 超音波を用いた窒化層の非破壊検査法の開発

航空機ジェットエンジン部品を想定した円筒内面（深窒化面）に対して検量線を構築し，従来の破壊検査に対し±5%以内の測定精度を達成できた．深窒化処理品の窒化深さを簡便に非破壊検査し，その品質を全点保障することが可能になった．

④ MSE 法による深窒化層の微細強度分布の評価

能率よく深窒化層の強度評価が可能になり，様々な窒化法におけるエロージョン特性を明らかにできた．

⑤ 精密内面研削によるプラズマ深窒化表面の高精度仕上げ

航空機ジェットエンジン部品を想定した円筒内面（深窒化面）について立型内面研削盤で精密研削を試み，砥石および研削条件を最適化して小さい取代 25μm と表面粗さ Ra0.2 を両立できた．今後，実際の航空機ジェットエンジン部品で検証したい．

⑥ 深窒化層表面のマシニングセンタ研削とレーザコンディショニング

汎用マシニングセンタによる三次元研削法を検討し，円筒形状加工物において取代 50μm 以下が可能になったものの，仕上げ面粗さが目標値に到達しなかった．レーザコンディショニングでは，砥石にレーザ照射して切れ味を回復させ，窒化層を研削できた．

○ プロセス全体

航空機ジェットエンジン部品を想定した円筒試験片で検証を進め，新しい深窒化プロセスの基本技術を確立できたものと判断する．開発した脆弱化合物層フリー深窒化は，航空機ジェットエンジン部品だけでなく金型等にも展開できる感触を得た．平成 30 年 7 月にプラズマ深窒化生産機を導入し，金型向け脆弱化合物層フリー深窒化から事業化を開始することが決定した．事業終了後も開発を継続し，さらなる用途開発を目指したい．

１－４　当該研究開発の連絡窓口

（1）事業管理者

法人名　　：公益財団法人富山県新世紀産業機構（代表者　理事長　寺林 敏）
住　所　　：〒930-0866　富山県富山市高田 529 番地
担当者　　：角崎 雅博
所属役職名：産官学連携推進センター　部長
ＴＥＬ　　：（076）444-5636
ＦＡＸ　　：（076）444-5630
E-mail　　：kado@tonio.or.jp

（2）総括研究代表者

氏　名　　：嶋村 公二
組織名　　：株式会社北熱
所属役職名：開発営業部　課長
ＴＥＬ　　：（076）471-6001
ＦＡＸ　　：（076）471-6002
E-mail　　：k-shimamura@hokunetsu.com

（3）副総括研究代表者

氏　名　　：吉川 一彦
組織名　　：三晶エムイーシー株式会社
所属役職名：部品事業部　生産技術部　部長
ＴＥＬ　　：（076）474-0111
ＦＡＸ　　：（076）474-0112
E-mail　　：yoshikawa@sansho-mec.co.jp

（4）研究実施者

研究実施期間	代表者役職 氏　名	連絡先
株式会社北熱	代表取締役社長 政 誠一	〒930-0106 富山県富山市高木西 115 TEL：（076）471-7251 FAX：（076）471-7252
三晶エムイーシー株式会社	代表取締役社長 今家 英明	〒936-0861 富山県滑川市中新 1029-1 TEL：（076）474-0111 FAX：（076）474-0112
富山県工業技術センター	所長 鳥山 素弘	〒933-0981 富山県高岡市二上町 150 TEL：（0766）21-2121 FAX：（0766）21-2402
公立大学法人富山県立大学	理事長 寺井 幹男	〒930-0106 富山県射水市黒河 5180 TEL：（0766）56-7500 FAX：（0766）56-6131
国立大学法人金沢大学	学長 山崎 光悦	〒920-1192 石川県金沢市角間町 TEL：（076）234-4721 FAX：（076）234-4664

第２章　ESF プラズマ深窒化装置の開発（株式会社北熱）

２－１　ホットウォール/バイポーラ DC プラズマ深窒化装置の設計・製作

研究 1 年目は ESF プラズマ深窒化装置のベースになるホットウォール／バイポーラ DC プラズマ深窒化装置の設計・製作に取り組んだ．本装置は発光分析フィードバック機構を組み込むことを前提とした，独自のホットウォール/バイポーラ DC プラズマ深窒化装置を設計・製作した．ホットウォール/バイポーラ DC プラズマ深窒化装置の構想図を図 2，主な仕様を表 1 に示す．ワーク加熱はチャンバ自体を加熱するホットウォール方式とし，チャンバの上部・中部・下部の 3 ゾーンをそれぞれ制御する構造とした．また，プラズマ電源は，欧州メーカーのプラズマ窒化装置で実績のあるバイポーラパルス DC 電源とした．本装置の有効処理エリアは最小限のφ200×200mm，試料を取り出すためのチャンバ開閉は，落下事故が発生しないよう，台形ボールねじを用いた電動昇降機構とした．一方，プラズマ深窒化は処理時間が長く，処理品の評価にも時間を要することが課題になる．研究員の作業能率を向上させるため，シーケンス制御の自動運転機能を搭載した．これらの多くの機能を盛り込んだ独自のプラズマ深窒化装置を自社製作することを検討したが，社内の技術スキルだけでは対応できないと判断した．そこで，多くの各種真空機器の製作で実績のあるメーカーに特注製作を依頼した．ホットウォール/バイポーラ DC プラズマ深窒化装置 EPN-K212 の外観を図 3 に示す．株式会社北熱では初めての装置製作であったが，当初の設計通りの性能を確認した．

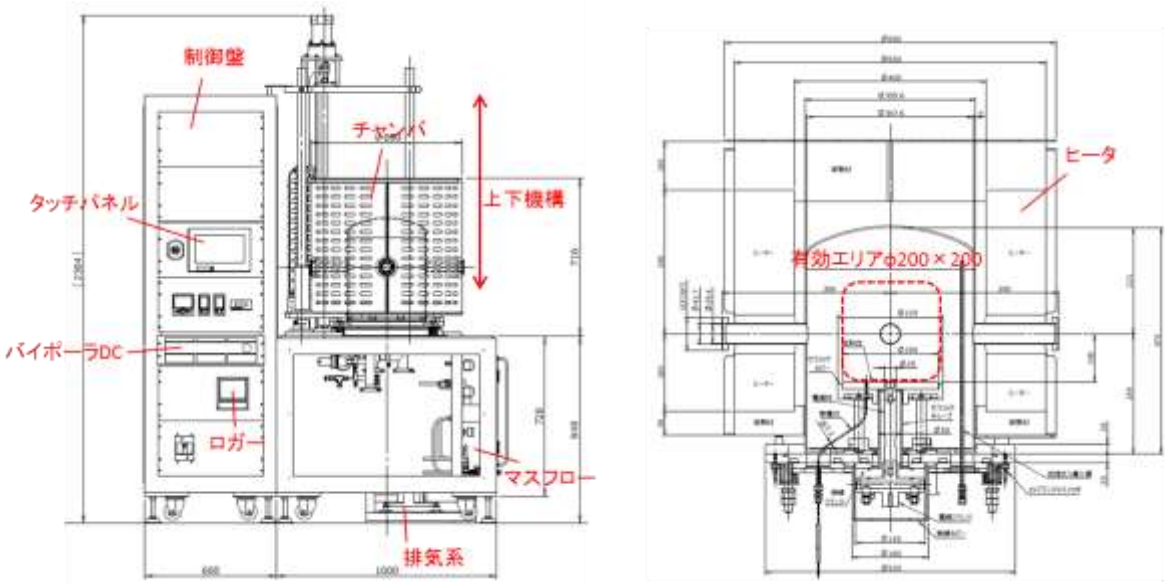


図２　ホットウォール／バイポーラプラズマ深窒化装置の構想図

表１　ホットウォール／バイポーラプラズマ深窒化装置の主な仕様

型式	ホットウォール/バイポーラ DC プラズマ深窒化装置 EPN-K212（特注製作品）
チャンバ寸法	内寸φ350mm×400mmH
チャンバ材質	SUS304、GBB 処理
チャンバ開閉	台形ボールねじによる電動昇降、落下防止対策
リークレート	5.0×10^{-9}Pam^3/s 以下
到達圧力	0.5Pa（ガス出し後室温・ワークなし）、2.6Pa まで 20 分
ワークサイズ	φ200mm×200mm 以下、20kg 以下
ワーク加熱	ホットウォール方式 チャンバ外ヒータ（3 ゾーンヒータ 12kW）
圧力制御方式	APC（自動圧力調整器）
排気ポンプ	メイン：アルバック製 MBS-052（ルーツポンプ） サブ：コスモファクトリー社製 W2V20（油回転ポンプ）
真空計	ピラニ真空計、隔膜式真空計
ガス導入 MFC	H_2・N_2・Ar ガス：1SLM×3 系統 NH_3 ガス：0.5SLM×3 系統
運転制御	シーケンス制御による自動運転
記録計	12 チャンネルデジタル記録計（チノー製 KR2000）
プラズマ電源	アドバンスドエナジー製バイポーラパルス電源 最大 800V、5kW
インタロック	チャンバ開放時排気禁止、圧空・冷却水停止時放電禁止 課昇温ヒータ停止他
設置室寸法	1,700mm×1,600mm×2,400mm
重量	1,500kg
消費電力	三相 AC200V、最大 20KVA（60Hz）
冷却水	チラー：オリオン機械製 RKE750A1-V-G2、7L/min
排ガス処理	スクラバ：三貴製作所製 S-60 型
保護カバー	電極部感電防止

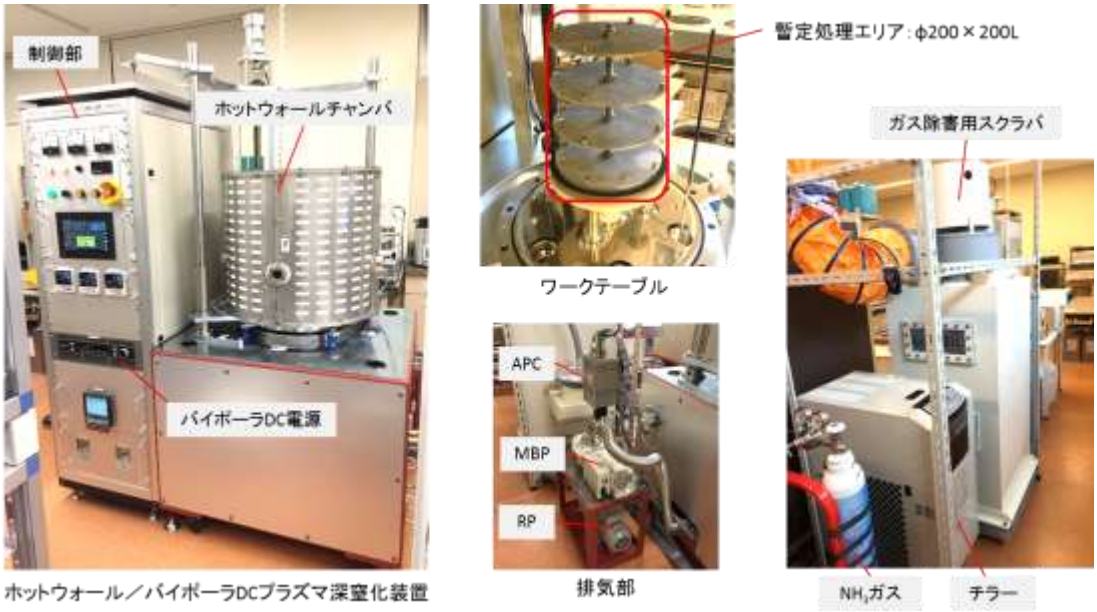


図３　ホットウォール／バイポーラプラズマ深窒化装置の構想図

２−２　発光分析フィードバック機構の組込み

研究２年目はホットウォール／バイポーラ DC プラズマ深窒化装置に発光分析フィードバック機構を組み込み，ESF プラズマ深窒化装置を完成させた（図 4）．プラズマ発光分析フィードバック制御は，プラズマ解析部，措置制御部およびプラズマ受光部から構成されている．プラズマ発光分析フィードバック機構の動作イメージを図５に示す．まず，プラズマ受光部の CCD センサでプラズマを捉え，光ファイバを介して解析部に伝送する．解析部では瞬時にプラズマ種を５パターンに判定し，フィードバックのためのアナログ信号をプラズマ深窒化装置の制御部へ転送する．そして，制御部から主要機器（圧力調整器・マスフロー・バイポーラ DC 電源）へ補正値を指令する．これらの動作を繰り返すことで，高密度なプラズマ状態を持続できるものと考えた．

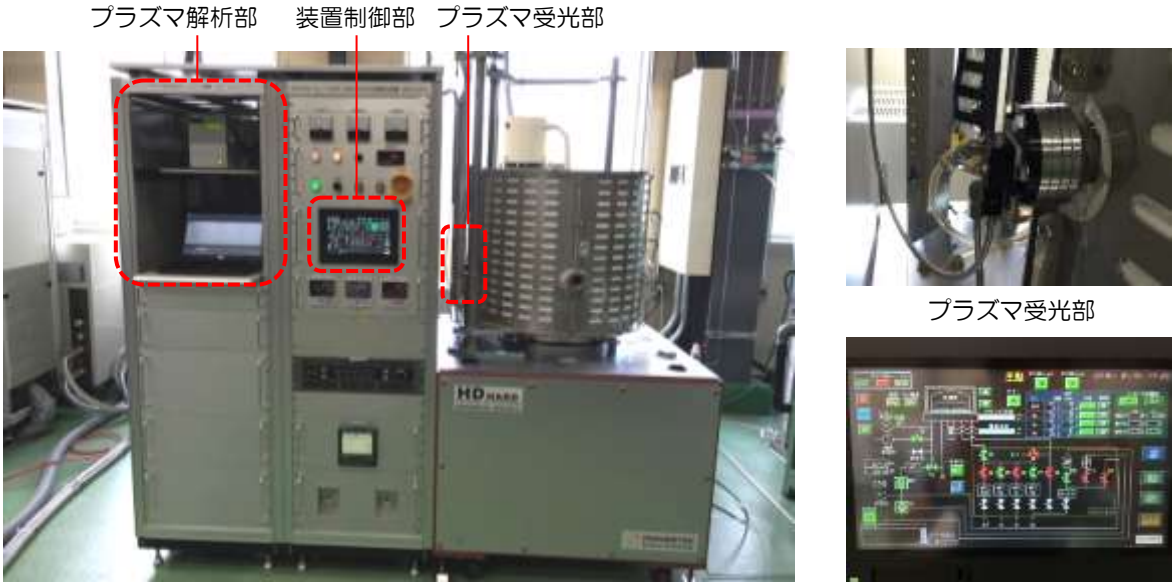


図４　ESF プラズマ深窒化装置

（ホットウォール／バイポーラ DC プラズマ深窒化装置+プラズマ発光分析フィードバック機構）

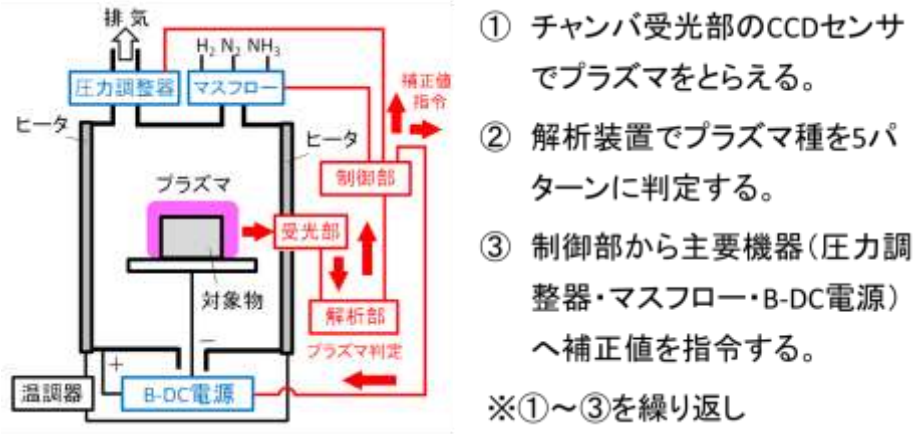
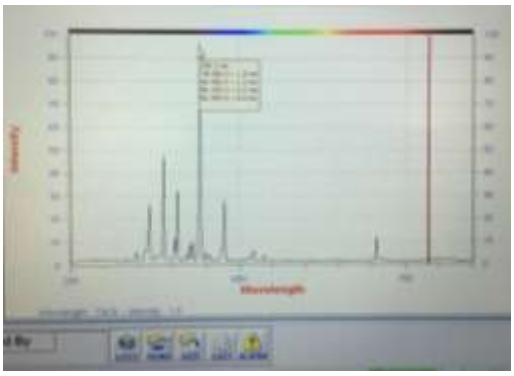


図５　プラズマ発光分析フィードバック機構の動作イメージ

ESF プラズマ深窒化装置の発光分析フィードバック制御画面を図 6 に示す． a）波長プロファイルの解析画面でプラズマ種を 5 パターンに分類し， b）フィードバック補正値の指令画面でパターン（レベル）ごとの補正値を出力している．



a）波長プロファイルの解析画面

b）フィードバック補正値の指令画面

図 6　プラズマ発光分析フィードバック機構の制御画面

20h 処理における NH ピーク強度の推移（336.0nm）を図 7 に示す．プラズマ深窒化処理では 50h 以上の長時間処理を想定しているが，窒化時間の進行とともにピーク強度が減少していることがわかる．このピーク強度を相対的なプラズマ密度と考えると，処理時間 20h ではプラズマ密度が 25%減少している可能性がある．プラズマ発光分析フィードバック機構を活用すれば，常に一定のプラズマ密度で処理が可能になり，窒化速度の向上が期待できる．作成した発光分析フィードバック機構の暫定プログラムを表 2 に示す．この暫定プログラムでは，バイポーラ電源の電圧値を補正してピーク強度を一定化させることを検討した．ピーク強度の狙い値を補正レベル 3 と

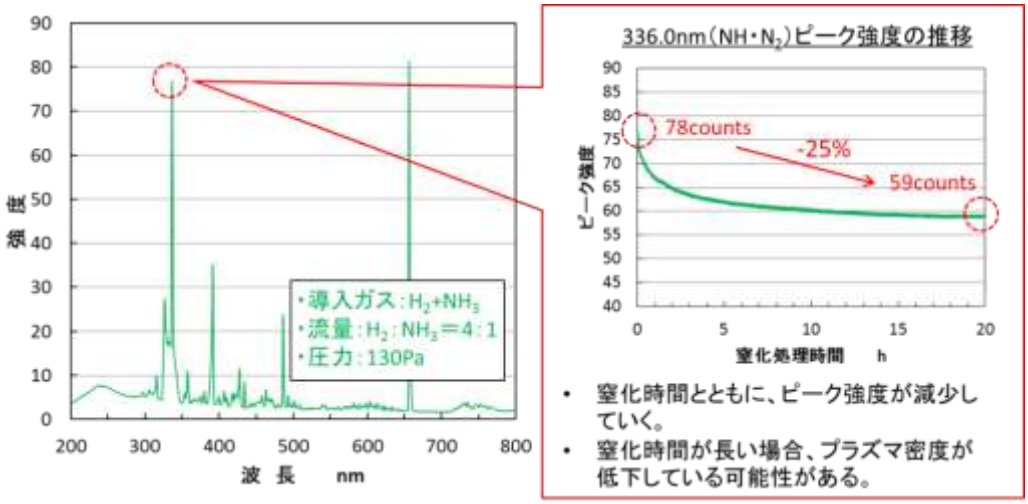


図 7　プラズマ発光ピーク強度の推移（NH* : 336.0nm）

し，ピーク強度が低ければ電圧補正値を高く（補正レベル 1・2），ピーク強度が高ければ低ければ電圧補正値を低く（補正レベル４・５）なるよう自動制御している．

表２　発光分析フィードバック機構の暫定プログラム

ピーク強度	補正レベル	バイポーラ電源			ガス流量				圧力
		電圧	周波数	パルス幅	NH_3	H_2	Ar	N_2	APC
高い（+30%）	5	0.95	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
やや高い（+10%）	4	0.98	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
狙い値	3	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
やや低い（-10%）	2	1.02	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
低い（-30%）	1	1.05	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00

-380V（標準）×1.02＝388V

上記の暫定プログラムにて発光分析フィードバック機構を検証した結果を図 8 に示す．発光分析フィードバック機構なしの場合は処理時間とともにピーク強度が減少したが，発光分析フィードバック機構ありの場合は，波形の振幅が大きいものの，ピーク強度の平均値はほぼ一定となった．この振幅については制御プログラムの改善で小さくできると考えている．

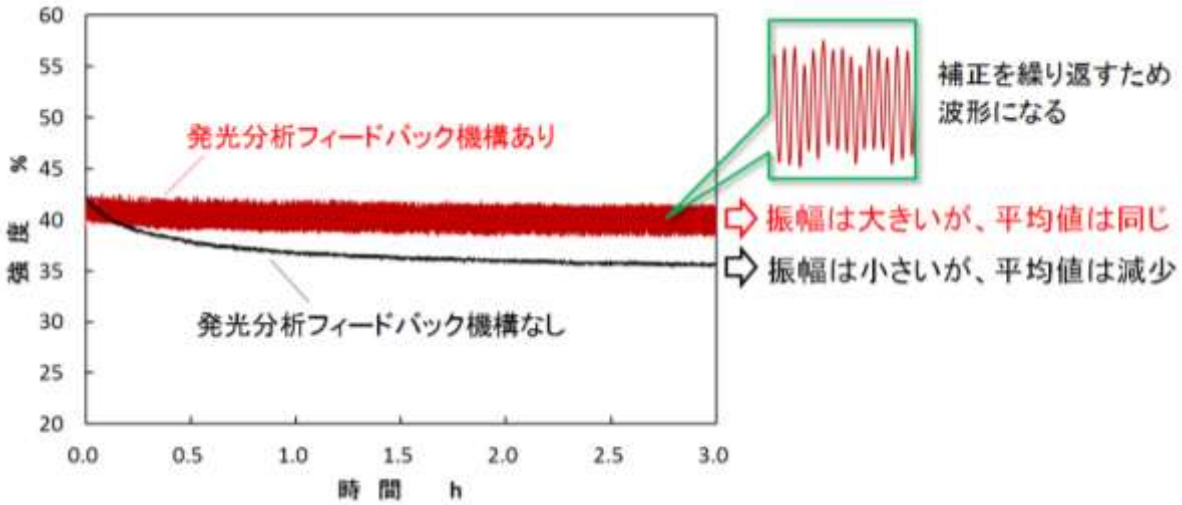


図８　プラズマ発光ピーク強度の推移（NH*:336.0nm，発光分析フィードバック機構）

以上の結果より，ESF プラズマ深窒化装置の発光分析フィードバック機構の基本プログラムを正常に動作させることができた．

２−３　ワーク温度モニタリング放射温度計の組込み

研究 3 年目はサイクルタイム短縮のため，ESF プラズマ深窒化装置にワーク温度モニタリング放射温度計を組み込んだ（図 9）．処理中のワーク温度をリアルタイム計測して制御へフィードバックすることで，安定した熱拡散が得られるものと考えた（図 10）．

図９　放射温度計

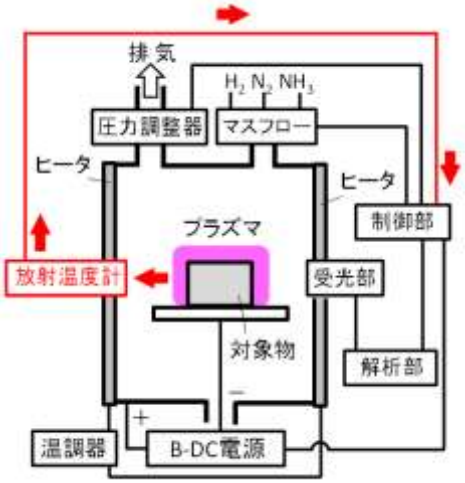


図 10　放射温度計フィードバック制御

ESF プラズマ深窒化装置を用いて円筒試験片（φ100×φ80×50、SKD61、HRC52±1、#220 仕上げ）を 450～550℃に加熱し，放射温度計（チノー、IR-CAI2CN）によるワーク温度測定を試みた．放射温度計と円筒試験片の距離は 500mm，温度測定個所は円筒試験片の外面である（図 11）．一方，円筒試験片には K 熱電対（φ3.2）を取り付け，実際のワーク温度を測定した（図 12）． 500℃加熱プロセス（ヒータ温度 550℃）におけるワーク温度推移を図 13 に示す．昇温中は放射温度計ワーク温度が先行し，遅れて熱電対ワーク温度が追従する傾向がみられた．このタイムラグは，放射温度計がワーク表面

図 11　放射温度計によるワーク温度測定

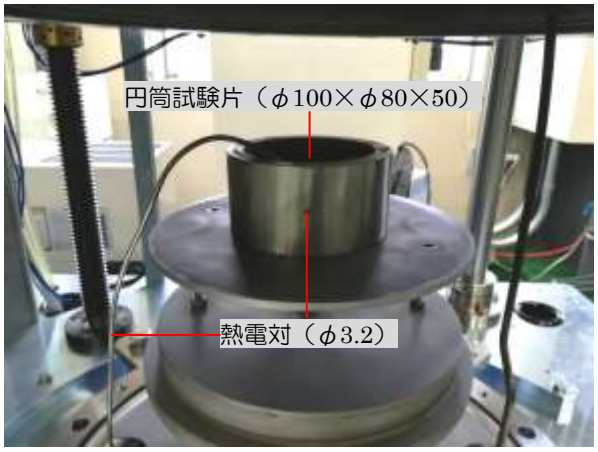


図 12　熱電対によるワーク温度測定

の温度，熱電対がワーク内部の温度を捉えるため生ずる．そして，ワークが飽和温度域（500℃）に達すると，放射温度計ワーク温度と熱電対ワーク温度が同等の値（500±10℃）で推移した．ワークが飽和温度域に達すれば，放射温度計でワーク温度を正確に計測できる．次に，実際の窒化プロセスで放射温度計の温度推移を検証した．なお，窒化プロセスではワークに電位を印加するため，熱電対による正確なワーク温度測定が不可能である．そのため，SUJ2 焼戻し曲線による推定ワーク温度と比較した．500℃窒化条件（ヒータ温度 550℃）におけるワーク温度推移を図 14 に示す．放射温度計ワーク温度は481～498℃で推移し，SUJ2 焼戻し推定温度 497℃と同等の値を示すことを確認した．窒化プロセスにおいても，放射温度計でワーク温度を正確に計測・制御できた．

以上の結果より，ESF プラズマ深窒化装置にワーク温度モニタリング放射温度計を組み込み，正常に動作させることができた．

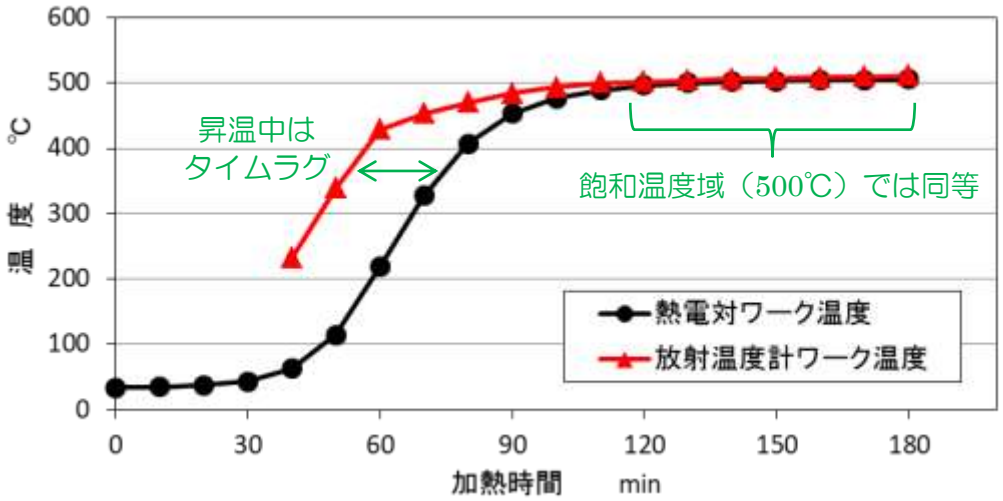


図 13　500℃加熱プロセス（ヒータ温度 550℃）におけるワーク温度推移

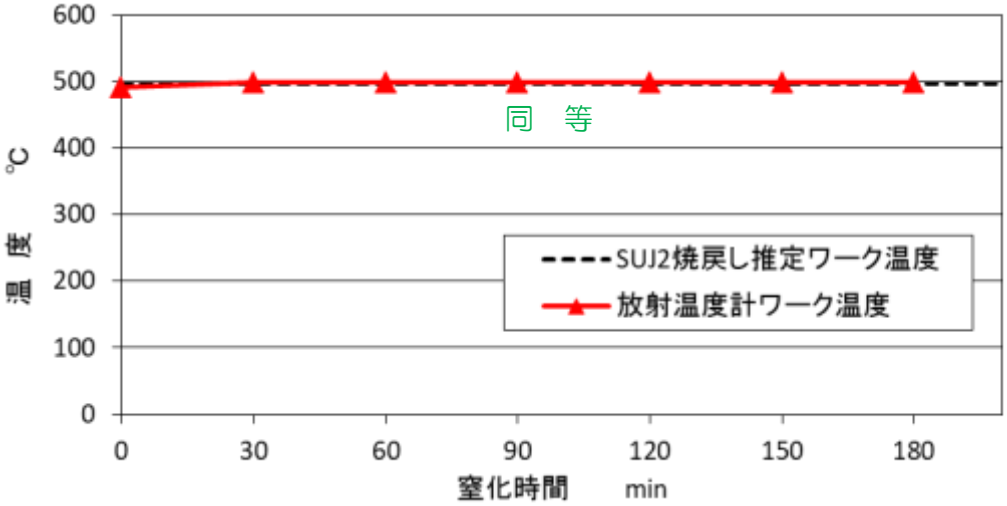


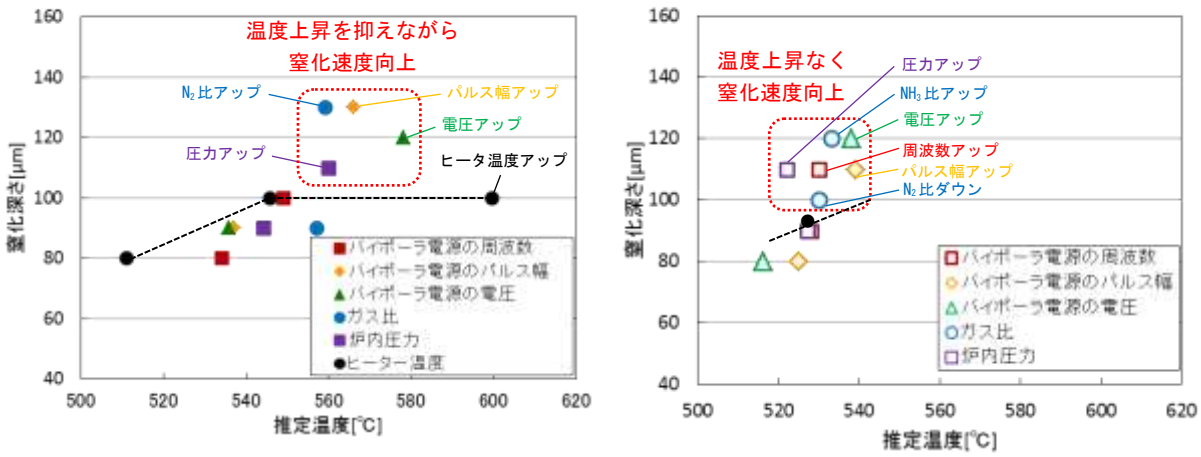
図 14　500℃窒化プロセス（ヒータ温度 550℃）におけるワーク温度推移

第３章　脆弱化合物層フリー高能率プラズマ深窒化条件の最適化

３－１　基本条件の最適化

ホットウォール/バイポーラ DC プラズマ深窒化装置の基本特性を把握するため，主要パラメータ（ヒータ温度，ガス流量，チャンバ圧力およびバイポーラ DC 電源）を調整して SKD61 試験片（13×13×6t，HRC52±1）の窒化処理を行った．窒化深さ 400μm 程度の深窒化層を生成するには 80 時間以上の長時間処理が想定され，このペースで実験を進めると膨大な時間が必要になるため，まずは 5h の短時間処理で基本的なパラメータを最適化することにした．ホットウォール/バイポーラ DC プラズマ深窒化装置の処理後の試験片について，窒化層の硬さ分布測定（広範囲解析マイクロビッカース硬さ計）と窒化層観察（ナイタル 5%腐食，レーザ顕微鏡）を行った．

本実験で作製した窒化試験片の窒化深さに及ぼす影響（540℃狙い，5h 処理）をまとめた結果を図 15 に示す．窒化深さは処理温度の影響を大きく受けることが知られており，横軸を推定温度としている．黒の破線は，ヒータ温度の調整のみで処理温度を変化させたもので，510℃から 550℃に上昇すると窒化深さは深くなり，550℃を超えると一定の深さを示す傾向がみられた．どちらのガス雰囲気においても，黒の破線より窒化深さが深くなる領域が確認でき，温度上昇を抑えながら窒化速度を向上できるパラメータが存在することが判明した．H_2+N_2 混合ガス雰囲気では，N_2 流量比アップ，チャンバ圧力アップ，バイポーラ DC 電源のパルス幅アップと電圧アップが有効であった．一方の H_2+NH_3 混合ガス雰囲気では，NH_3 流量比アップ・ダウン，



a）H_2+N_2 混合ガス雰囲気　　b）H_2+NH_3 混合ガス雰囲気

図 15　窒化深さに及ぼす影響（540℃狙い，5h 処理）

チャンバ圧力アップ，バイポーラ DC 電源のパルス幅アップ，電圧アップ，周波数アップが有効であった．これらのパラメータ変更を行うと，H_2+N_2 混合ガス雰囲気では推定温度が若干上昇するが，H_2+NH_3 混合ガス雰囲気では温度上昇がほとんどみられなかった．航空機部品等の様々な窒化処理に対応するには，より低い温度で処理できる H_2+NH_3 混合ガス雰囲気が望ましいものと考える．

窒化速度の向上に有効なパラメータを組み合わせて深窒化処理（窒化深さ 400μm 狙い）を試みた．前述した実験結果で窒化速度の向上に有効と判断したパラメータのうち，チャンバ圧力アップ，N_2 比アップおよび NH_3 比アップは脆弱化合物の生成を促進する可能性が高かったため，バイポーラ DC 電源の電圧アップおよびパルス幅アップのみを適用した． ガス雰囲気は H_2+N_2 混合ガスおよび H_2+NH_3 混合ガスとし，窒化深さが 400μm に達するまで窒化処理を行った．試験片は SKD61（13×13×6t，HRC52±1），処理後の試験片について，窒化層断面の硬さ分布測定（広範囲解析マイクロビッカース硬さ計）と窒化層断面観察（ナイタル 5%腐食，レーザ顕微鏡）を行った．

窒化層の硬さ分布を図 16 に示す．ガス雰囲気や処理時間に関係なく，窒化層の最高硬さは約 1100HV を示した．また，どちらのガス雰囲気においても処理時間が長いほど深い窒化層が得られた．図 17 は窒化層の推移である．窒化層 400μm が得られるまでの処理時間は，H_2+N_2 混合ガスの場合が 95h，H_2+NH_3 混合ガスの場合が 100h であり，ガス雰囲気の違いに影響は認められなかった．窒化速度に着目すると，初期（処理時間 5h）は約 20μm/h と比較的早いが，終盤（処理時間 80h）になると 4～5μm/h まで遅くなる．図 18 は窒化層の断面観察像である．いずれの試料に

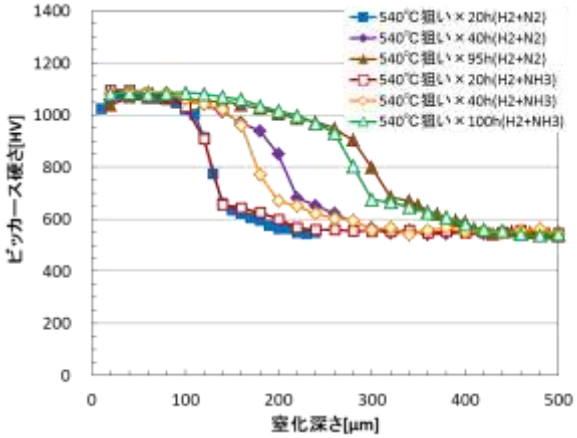


図 16　窒化層の硬さ分布

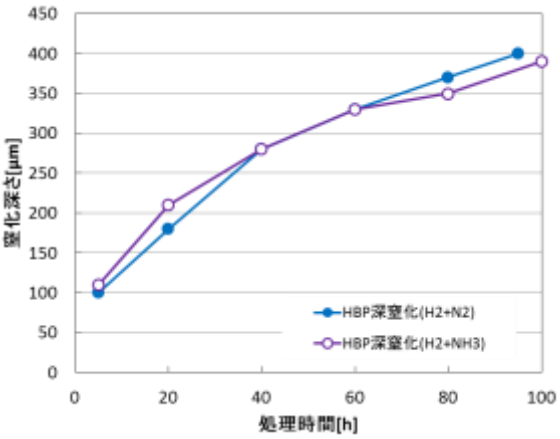


図 17　窒化深さの推移

ついても窒化層の最表面に脆弱化合物層が形成され，窒化層が厚くなるほど脆弱化合物層の厚みも増加した．

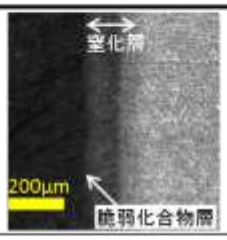
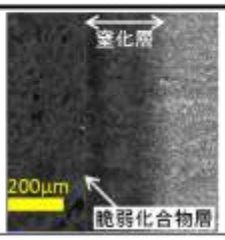
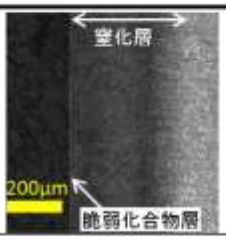
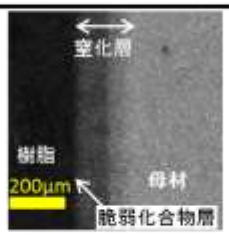
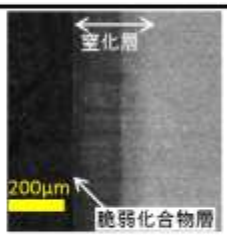
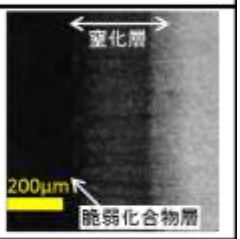
処理時間 / ガス雰囲気	20h	40h	95h	100h
H_2+N_2 混合ガス				
窒化層	180μm	280μm	400μm	
脆弱化合物層	約1.6μm	約2.0μm	約2.6μm	
H_2+NH_3 混合ガス				
窒化層	210μm	280μm		390μm
脆弱化合物層	約1.8μm	約1.9μm		約3.0μm

図 18　窒化層の断面観察像

深窒化の対象となる航空機部品は円筒形で，内面への窒化処理が必要になる．本事業では，図 19 に示すミニチュアモデルの SKD61 円筒試験片（φ100×φ80×50L）で窒化特性を検証する．ホットウォール/バイポーラ DC プラズマ深窒化装置へ設置した様子を図 20 に示す．本装置では，同時に 6 個の処理が可能である．

図 19　SKD61 円筒試験片
（φ100×φ80×50L）

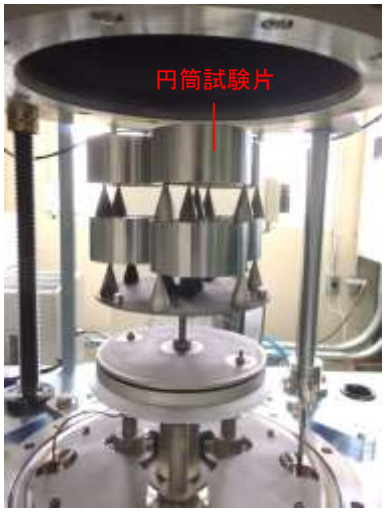


図 20　窒化装置への設置

前項の深窒化処理（540℃×100h）で円筒試験片を窒化処理し，内面部の硬さ分布を測定した結果を図 21，断面観察像を図 22 に示す．窒化深さは 380μm，最高硬さは 1084HV を示し，また脆弱化合物層は約 3μm であったことから，SKD61 平面試験片と同等の窒化特性を確認した．

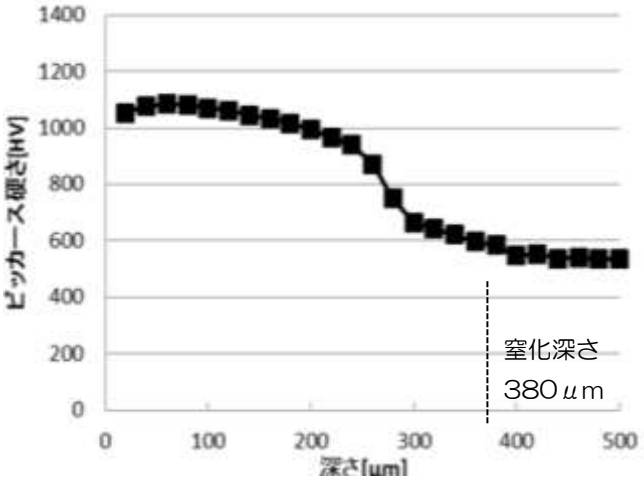


図 21　窒化層の硬さ分布
（SKD61 円筒試験片）

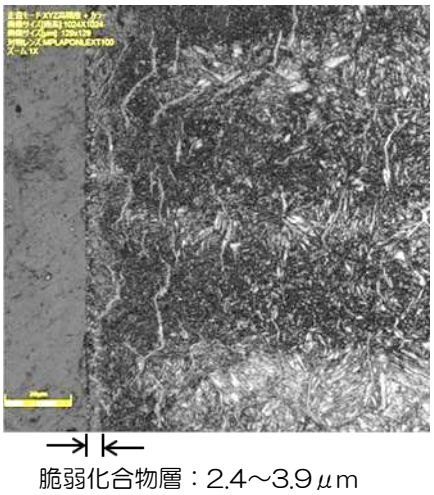


図 22　窒化層の断面観察像
（SKD61 円筒試験片）

ホットウォール/バイポーラ DC 深窒化装置（HBP 深窒化装置）で生成した深窒化層の特性を，従来窒化法で生成したものと比較した．各窒化法の特徴を表 3 に示す．従来ガス窒化，従来プラズマ窒化法のイオン窒化およびラジカル窒化で深窒化層を生成し評価を行った．各窒化法で生成した窒化層の硬さ分布を図 23 に示す．3 種類のプラズマ窒化（イオン窒化・ラジカル窒化・HBP 深窒化）は窒化深さ約 250μm まで 1000HV 以上の高い硬さを示したが，ガス窒化は窒化深さ 100μm を超えると 1000HV 以下に低下した．HBP 深窒化の硬さ分布は，他のプラズマ窒化（イオン窒化・ラジカル窒化）と大差ない．図 24 は窒化深さの推移である． HBP 深窒化の生成速度をベンチマークであるラジカル窒化と比較すると，初期（処理時間 5h）は 20%速いが，終盤（処理時間 80h）は逆に 25%遅くなった．前述した基本パラメータの最適化で速い生成速度を見出したが，処理時間の長い深窒化では十分な効果が得られなかった．処理の中盤から終盤（処理時間 30h～60h）にかけての窒化条件の改良が必要といえる．次に，窒化層の断面観察像を図 25 に示す．ガス窒化およびイオン窒化では 8～10μm の厚い脆弱化合物層が生成されていたが，ラジカル窒化および HBP 深窒化では約 3μm と比較的薄くなった．以上の結果より，主要パラメータ

（ヒータ温度，ガス流量，チャンバ圧力およびバイポーラ DC 電源）の調整のみで脆弱化合物層フリーとサイクルタイム短縮を実現することは困難といえる．

表３　各窒化法の特徴

	ガス窒化装置	プラズマ窒化		
		イオン窒化装置	ラジカル窒化装置	ホットウォール/バイポーラ DC 深窒化装置
電源	―	DC	DC	バイポーラ DC
使用するガス	NH_3	H_2+N_2	H_2+NH_3	H_2+NH_3
ホットウォール	○	×	○	○
窒化の原理	高温化学反応	グロー放電（物理的反応）	グロー放電（物理的反応）	グロー放電（物理的反応）

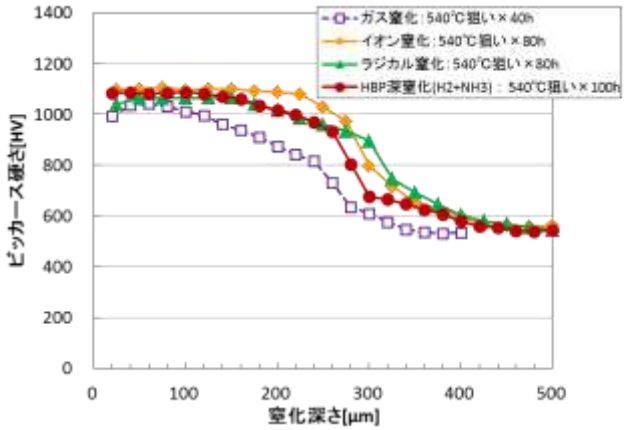


図 23　窒化層の硬さ分布（540℃）

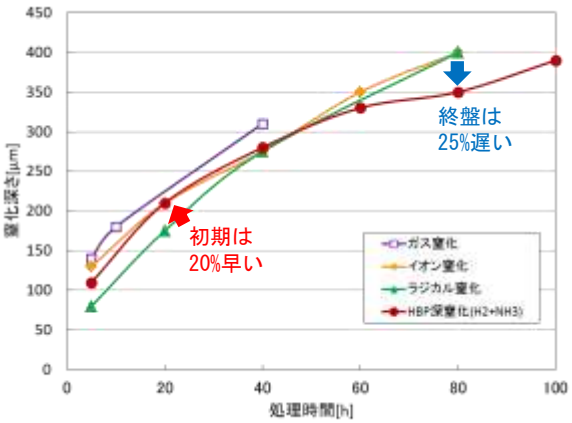


図 24　窒化深さの推移（540℃）

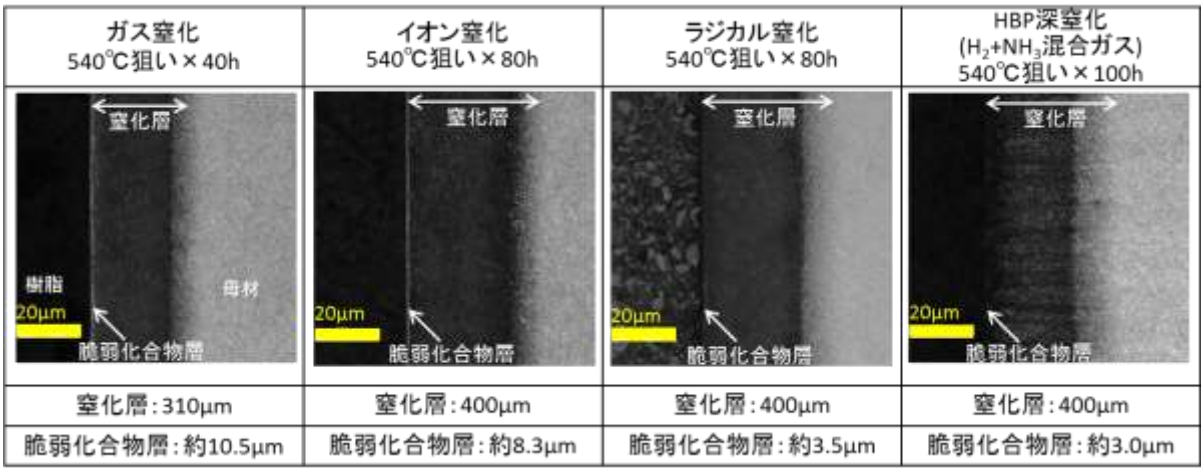


図 25　窒化層の断面観察像（540℃）

３−２　フィードバック制御の最適化（発光分析フィードバック制御）

ESF プラズマ深窒化における代表的なプラズマ発光プロファイルを図 26 に示す．図より，NH ラジカル（NH^*）は 336.0nm，N_2 イオン（N_2^+）は 391.4nm および 434.4nm に発生している．一般的に NH ラジカルは鋼との反応性に優れることが知られており，NH ラジカルを増加できれば生成速度を向上できるものと考えられる．ただし，NH ラジカルと鋼の反応が促進されすぎると，表面に鉄窒化物（脆弱化合物）が形成される．これらのピーク強度またはピーク強度比を捉えてプラズマ中のラジカル／イオン量を最適化し，脆弱化合物フリー深窒化のサイクルタイム短縮を目指した．

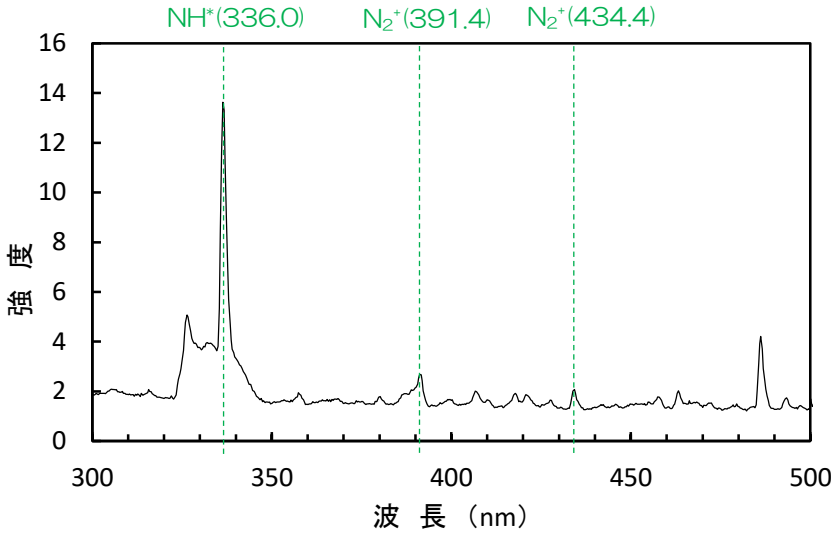


図 26　プラズマ発光プロファイル

本機構を有効に機能させるには，フィードバック制御対象を決定する必要がある．まず，制御対象をバイポーラ DC 電源の設定とした場合の窒化特性を調査した．電源設定のうち，電圧，周波数およびデューティ比を大きく変化させて SKD61 平面試験片（13×13×5t，鏡面仕上げ）に窒化処理を行った．処理温度は 500℃狙い，ガス設定および処理時間は一定とした．処理中のプラズマ発光プロファイルを測定し，窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとピーク強度（NH^*／N_2^+）の関係を求めた．

窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとピーク強度の関係（制御対象：電源設定）を図 27，図 28 および図 29 に示す．いずれのピーク強度においても，ピーク強度の上昇とともに窒化深さが深くなる傾向が確認できる．また，ピーク強度が一定の値に達すると脆弱化合物層が形成されることがわかる．窒化特性とピークの相関関係が見られたものの，ラジカル／イオン量を把握するには NH^*／N_2^+のピーク強度比を求める必要がある．

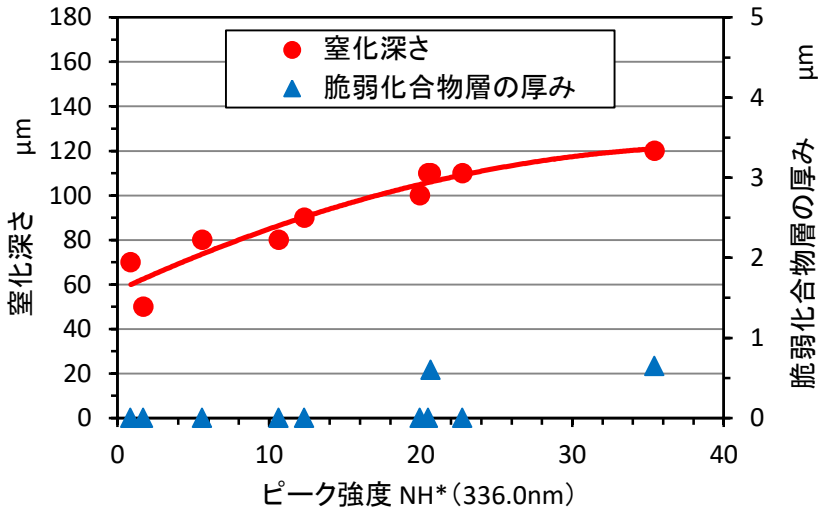


図 27　窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとピーク強度 NH*(336.0nm)の関係（電源設定）

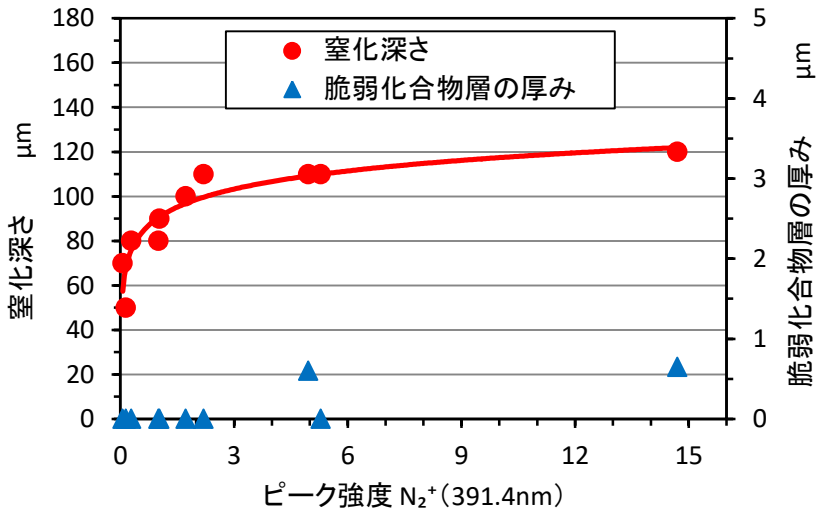


図 28　窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとピーク強度 N_2^+(391.4nm)の関係（電源設定）

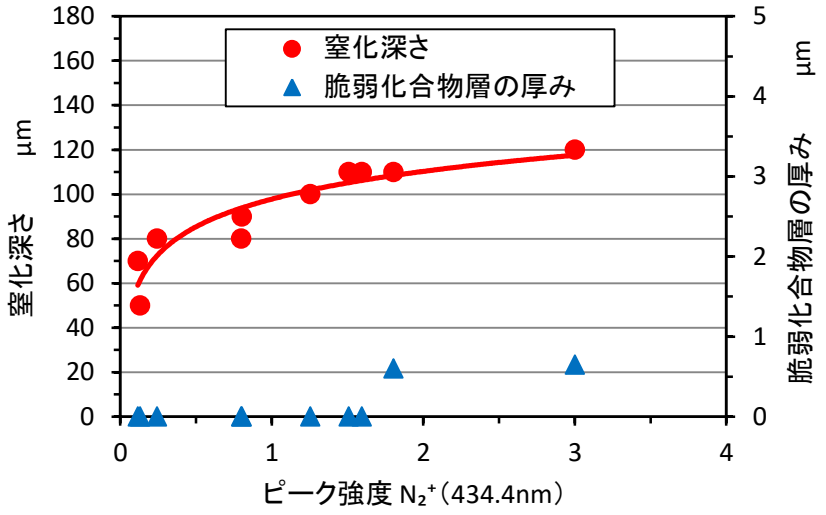


図 29　窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとピーク強度 N_2^+(434.4nm)の関係（電源設定）

窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとピーク強度比の関係（制御対象：電源設定）を図 30 および図 31 に示す．いずれのピーク強度比においても，ピーク強度と窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとの相関関係は認められなかった．これは，フィードバック制御対象を電源設定としたプラズマ中のラジカル／イオン量の制御は難しいことを意味する．以上の結果より，電源設定によるフィードバック制御は断念した．

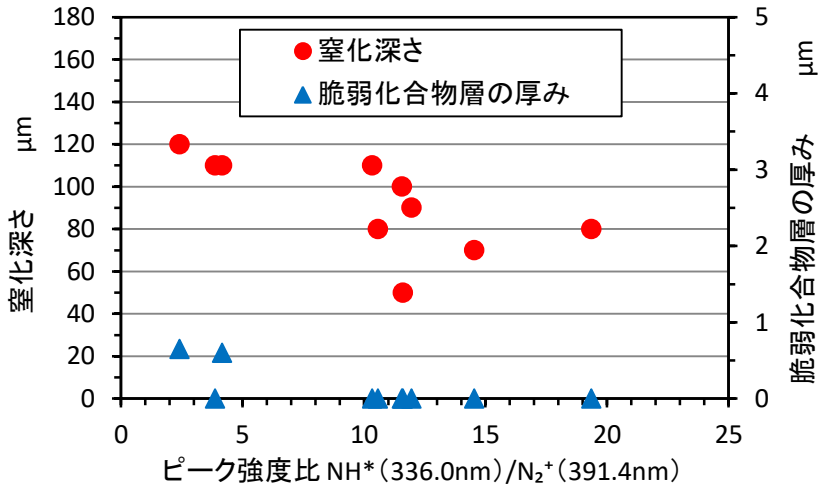


図 30　窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとピーク強度比 NH^*/N_2^+(391.4nm)の関係（電源設定）

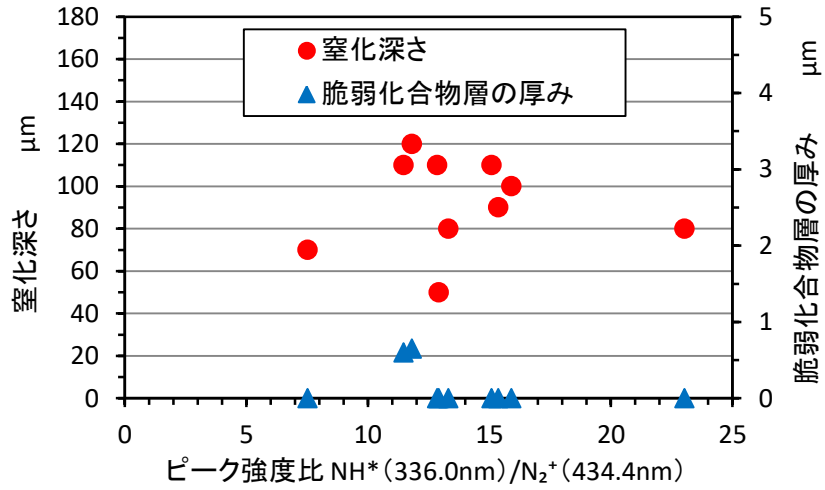


図 31　窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとピーク強度比 NH^*/N_2^+(434.4nm)の関係（電源設定）

制御対象を原料ガス設定とした場合の窒化特性を調査した．ガス設定のうち，H_2 流量電圧，NH_3 流量および圧力を大きく変化させて SKD61 平面試験片（13×13×5t，鏡面仕上げ）に窒化処理を行った．処理温度は 500℃狙い，電源設定および処理時間は一定とした．処理中のプラズマ発光プロファイルを測定し，窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとピー

ク強度（NH^*/N_2^+）の関係を求めた．窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとピーク強度の関係（制御対象：ガス設定）を図 32，図 33 および図 34 に示す．いずれのピーク強度においても，ピーク強度と窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとの相関関係は認められなかった．

次に，窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとピーク強度比の関係（制御対象：電源設定）を図 35 および図 36 に示す．ピーク強度比 NH^*/N_2^+(391.4nm)の場合，ピーク強度と窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとの相関関係は認められなかった．一方，ピーク強度比 NH^*/N_2^+(434.4nm)の場合，ピーク強度比の増加とともに窒化深さが増加する傾向がみられた．また，ピーク強度比 NH^*/N_2^+(434.4nm)＜14.5 は脆弱化合物が無く，

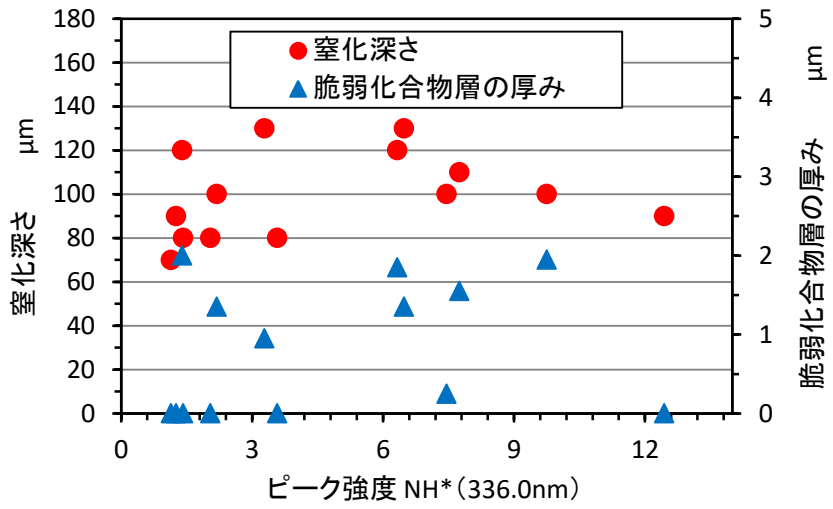


図 32　窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとピーク強度 NH^*(336.0nm)の関係（ガス設定）

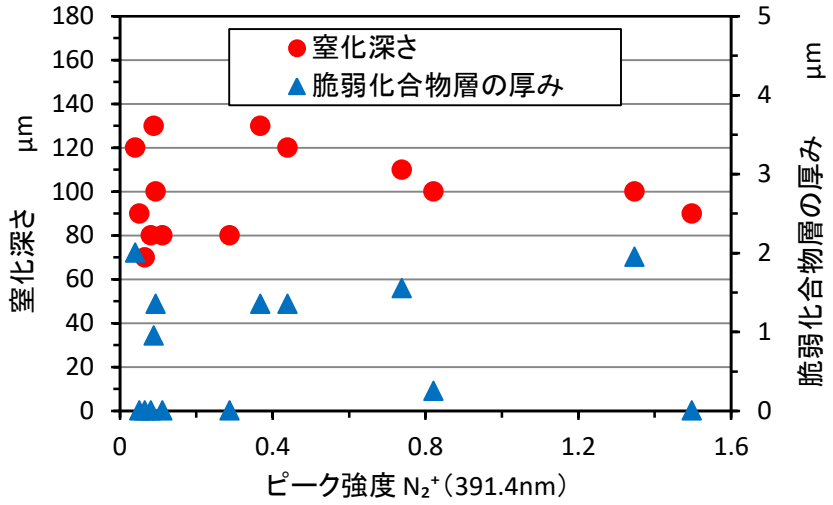


図 33　窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとピーク強度 N_2^+(391.4nm)の関係（ガス設定）

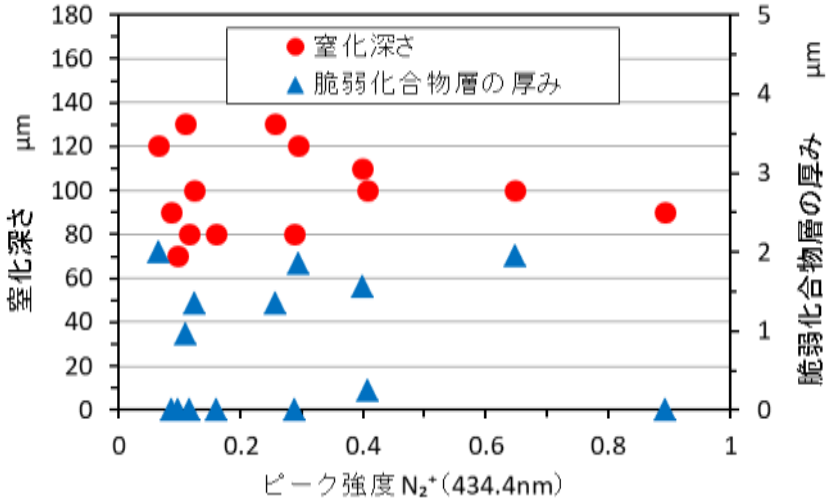


図 34　窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとピーク強度 N_2^+(434.4nm)の関係（ガス設定）

ピーク強度比 NH^*/N_2^+(434.4nm)＞14.5 は脆弱化合物が発生することがわかった．すなわち，フィードバック制御対象をガス設定としてプラズマ中のラジカル／イオン量を制御し，窒化特性を最適化できる可能性が高い．例えば，ピーク強度比 NH^*/N_2^+(434.4nm)≒14.5 になるようフィードバック制御すれば脆弱化合物層を生成させずに高い窒化速度が得られ，ピーク強度比 NH^*/N_2^+(434.4nm)≒30 になるようフィードバック制御すれば脆弱化合物層が生成されるものの更に高い窒化速度が得られる．以上の結果より，フィードバック制御対象としてガス設定を選択して制御プログラムの開発を進めることにした．

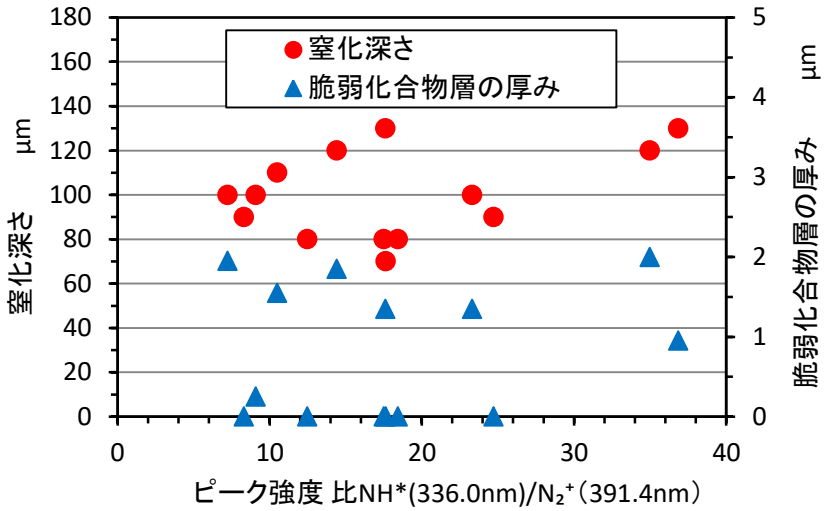


図 35　窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとピーク強度比 NH^*/N_2^+(391.4nm)の関係（ガス設定）

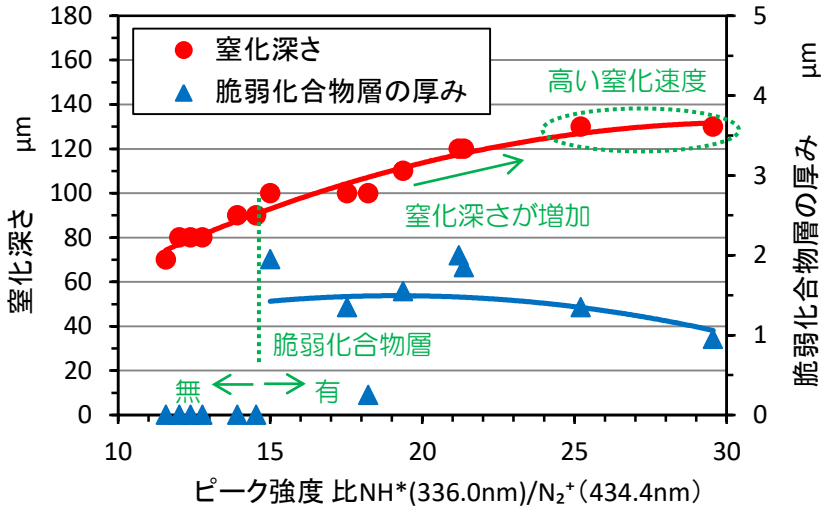


図 36　窒化深さ・脆弱化合物層の厚みとピーク強度比 NH^*/N_2^+(434.4nm)の関係（ガス設定）

3－3　フィードバック制御の最適化（ワーク温度モニタリング放射温度計）

本特性を応用し，加熱工程でワークが飽和温度に到達すると，次工程へ移行する自動制御機構を組み込んだ．ワークが飽和温度域に達すれば，放射温度計でワーク温度を正確に計測できるため，加熱時間の短縮が期待できる．円筒試験片（φ100×φ80×50，SKD61，HRC52±1，#220 仕上げ）で検証した結果，従来条件に対して加熱条件を 37%短縮できた（図 37）．また，窒化処理した円筒試験片の硬さ分布を測定した結果，従来条件と同等の窒化特性を示すことを確認した（図 38）．想定している航空機部品はφ475×325L と非常に大きく加熱条件の設定が難しいため，さらなる加熱時間短縮が見込める．

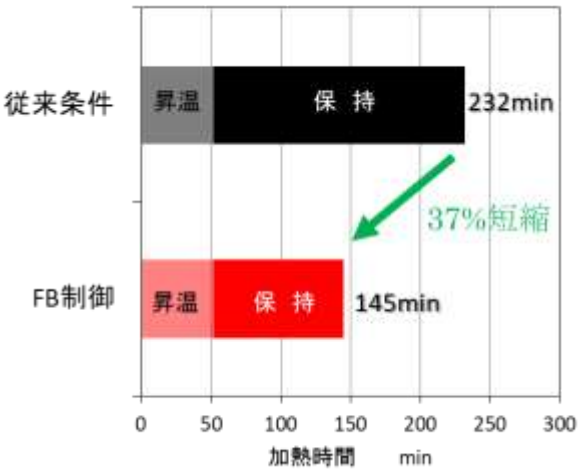


図 37　放射温度計 FB 制御による加熱時間短縮

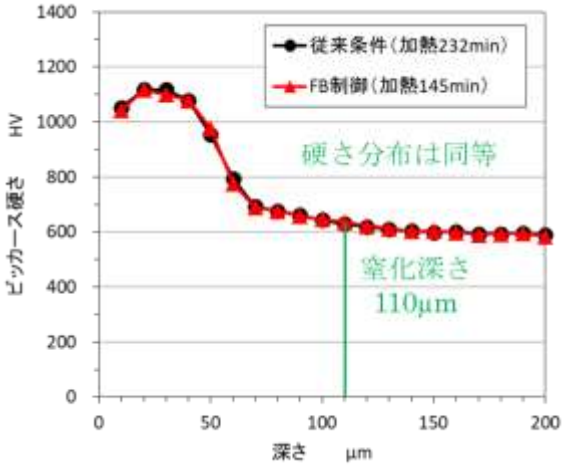


図 38　窒化試験片の硬さ分布

３－４　航空機部品向けプラズマ深窒化のサイクルタイム

開発したフィードバック機構（発光分析フィードバック機構およびワーク温度モニタリング放射温度計）を活用し，現段階でベストの航空機部品用深窒化条件で円筒試験片（φ100×φ80×50、SKD61、HRC52±1、#220 仕上げ）の処理を行った．比較品は，従来イオン深窒化および従来ラジカル深窒化とした．

航空機部品用深窒化（500℃，窒化深さ 400μm）のサイクルタイムを図 39 に示す．従来イオン深窒化は 185 時間（7.7 日），従来ラジカル窒化は 165h（6.9 日）を要したが，開発した ESF プラズマ深窒化は 151h（6.3 日）で深窒化を完了できた．航空機部品用深窒化（500℃，窒化深さ 400μm）の断面硬さ分布を図 40，断面観察像を図 41，X 線回折プロファイルを図 42 に示す．図より，ESF プラズマ深窒化は従来イオン深窒化および従来ラジカル深窒化と同等の窒化特性を示すことを確認した．以上の結果より，開発した ESF プラズマ深窒化は従来法に対してプロセスタイムを 8～18%短縮できた．また，事業終了後もフィードバック機構のプログラム開発を継続することで，平成 30 年 8 月にはサイクルタイムを 14～30%短縮したい．

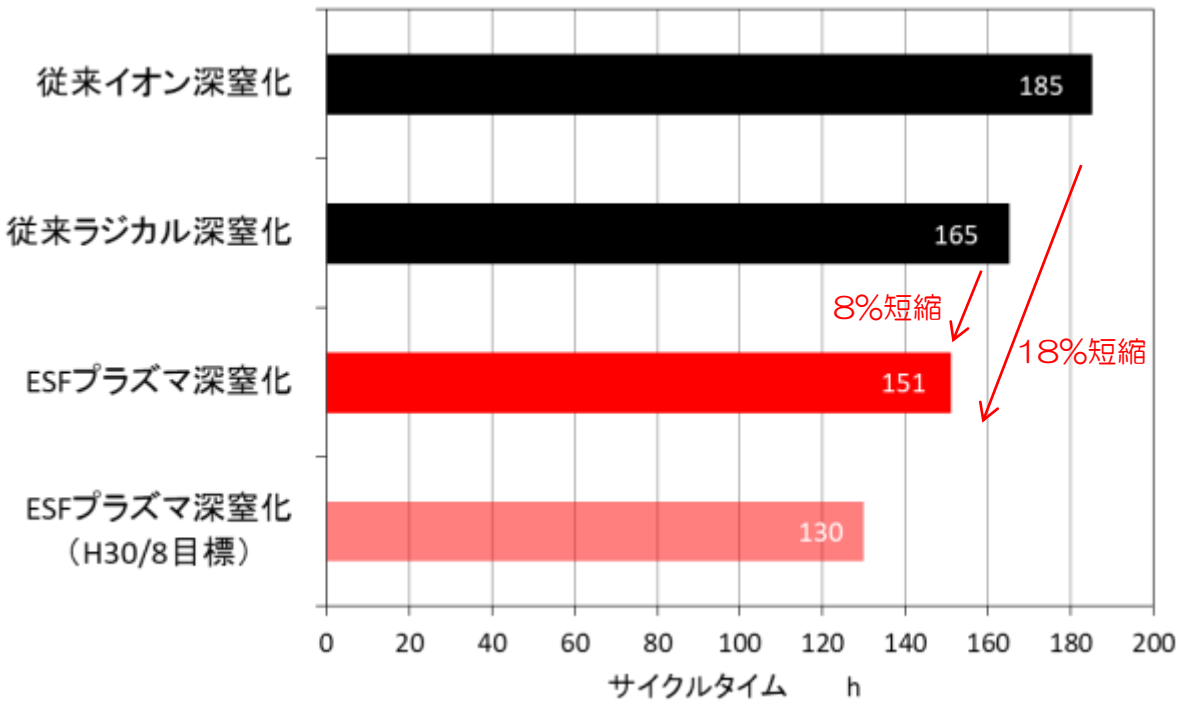


図 39　航空機部品用深窒化（500℃，窒化深さ 400μm）のサイクルタイム

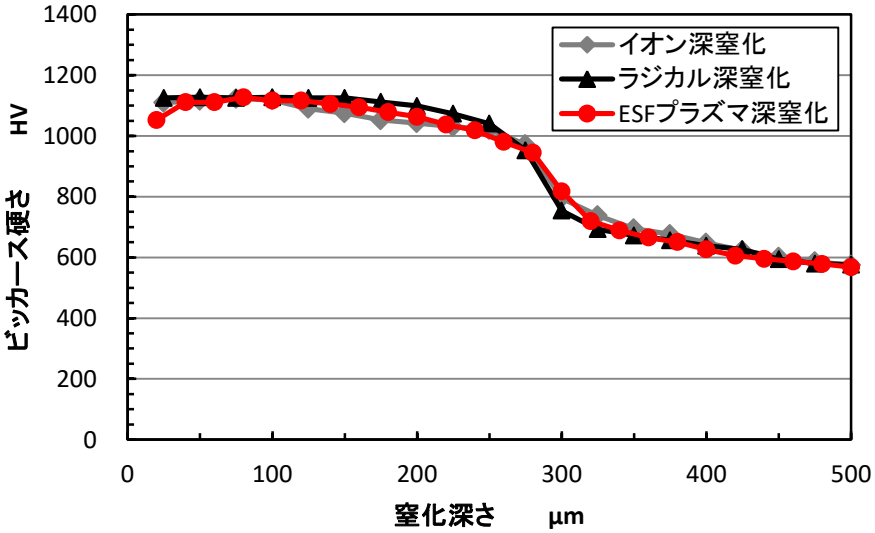
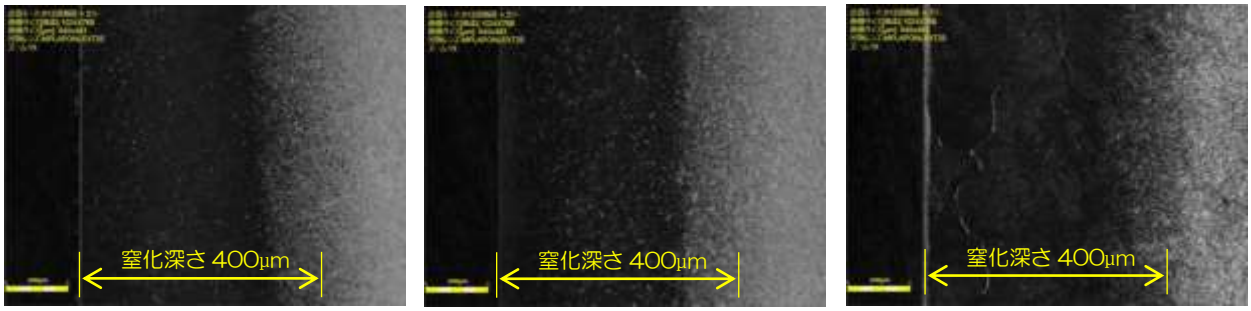


図 40　航空機部品用深窒化（窒化深さ 400μm）の硬さ分布



イオン深窒化　　ラジカル深窒化　　ESF プラズマ深窒化

図 41　航空機部品用深窒化（窒化深さ 400μm）の断面観察像

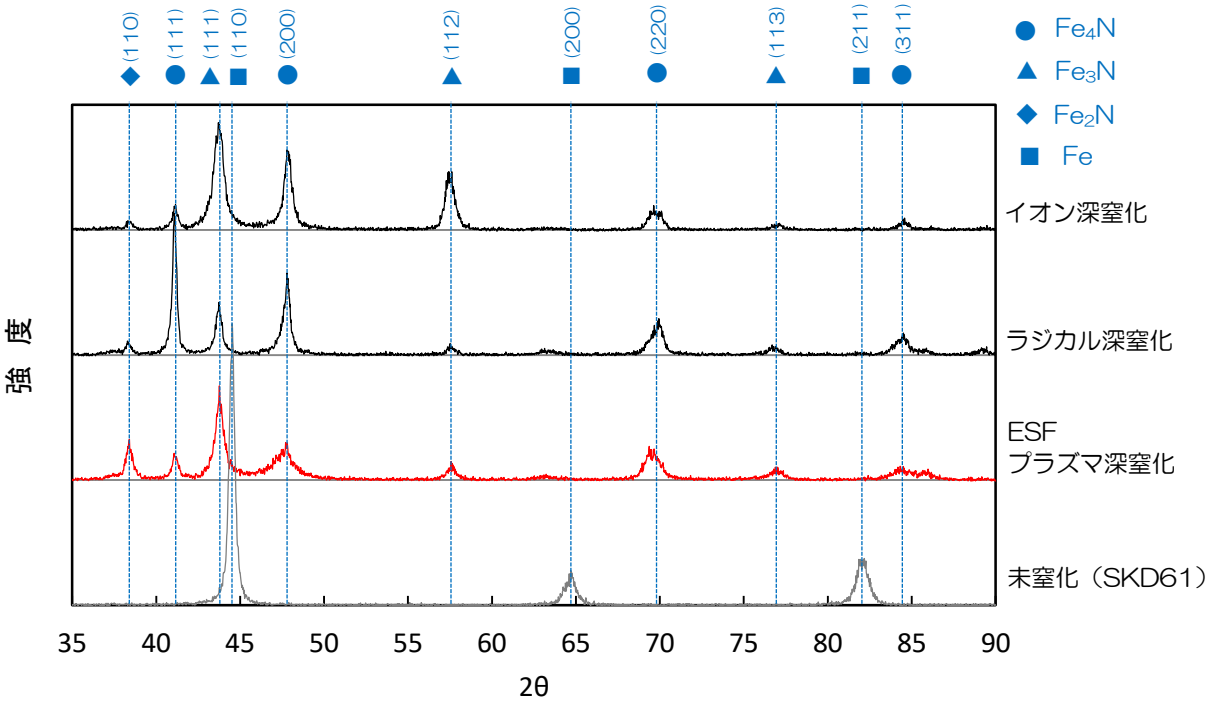
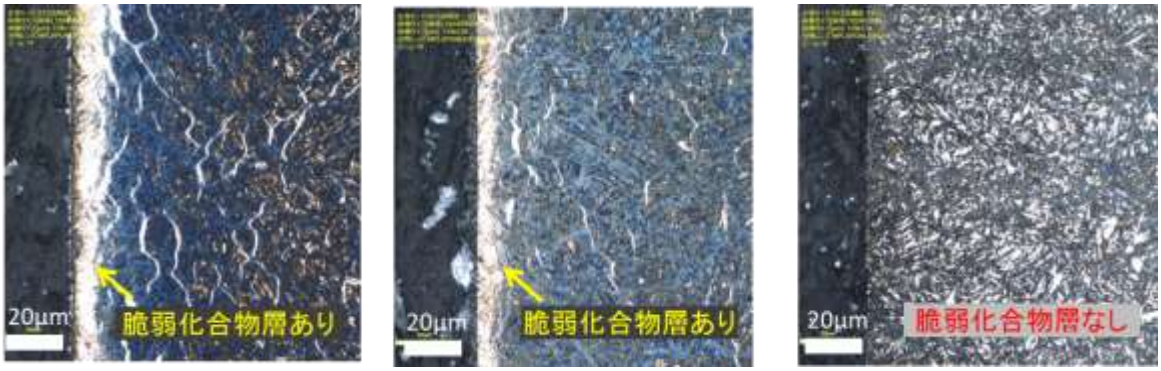


図 42　航空機部品用深窒化（窒化深さ 400μm）の X 線回折プロファイル

３－５　鏡面金型向け脆弱化合物層フリー深窒化

ESF プラズマ深窒化装置により，脆弱化合物層フリー深窒化条件を確立した．窒化層の断面観察像を図 43 に示す．従来法のガス深窒化およびイオン深窒化では，表層に脆弱化合物層が生成されていることがわかる．一方，開発した ESF プラズマ深窒化では脆弱化合物層がない．開発した ESF プラズマ窒化を適用した鏡面金型を図 44 に示す．鏡面金型はφ30×150L，SKD61（HRC53），処理前の表面粗さは Rz0.1μmである．窒化深さ 60μm のイオン窒化，ラジカル窒化および ESF プラズマ窒化を比較すると，ESF プラズマ窒化は処理前の表面粗さを維持していることがわかる．また，窒化深さ 200μm 以上のラジカル深窒化と ESF プラズマ深窒化を比較すると，



ガス深窒化	イオン深窒化	ESF プラズマ深窒化
窒化層：320μm	窒化層：400μm	窒化層：300μm
脆弱化合物層：7～14μm	脆弱化合物層：6～11μm	脆弱化合物層：0μm

図 43　窒化層の断面観察像

図 44　鏡面金型への適用

ESF プラズマ深窒化は表面粗さの悪化が抑制されていることがわかる．高精度化や離型性が求められる金型業界において，鏡面を維持した深窒化は大きな武器になることを確信している．

３−6　脆弱化合物層フリー深窒化の事業化

本研究で開発した「航空機部品用深窒化」および「金型用鏡面窒化」を事業化するため，開発技術を搭載した大型生産機を特注製作している．ESF プラズマ深窒化装置のフィードバック機構（発光分析フィードバック機構およびワーク温度モニタリング放射温度計）を搭載するとともに，従来技術のイオン窒化およびラジカル窒化に対応できるハイブリッド構造とすることで，様々なニーズに対応できる．図 45 はハイブリッド型プラズマ窒化装置（HPN-K214）の全体図である．本研究で開発したフィードバック機構（発光分析フィードバック機構およびワーク温度モニタリング放射温度計）を搭載するため，チャンバ側面に複数のビューポートを設置している．放射温度計については，テーブル上下方向の温度分布を均一化するため，3 基（上・中・下）でモニタリングする．ESF プラズマ深窒化装置の組み立てメーカーと共同製作中で，平成 30 年 7 月に完成する予定である．生産条件を最適化した後，平成 30 年 12 月から「金型用鏡面窒化」を販売開始したい．メインの「航空機部品用深窒化」については，模擬製品でデータ取りを行った後，航空機部品メーカーに提案する予定である．

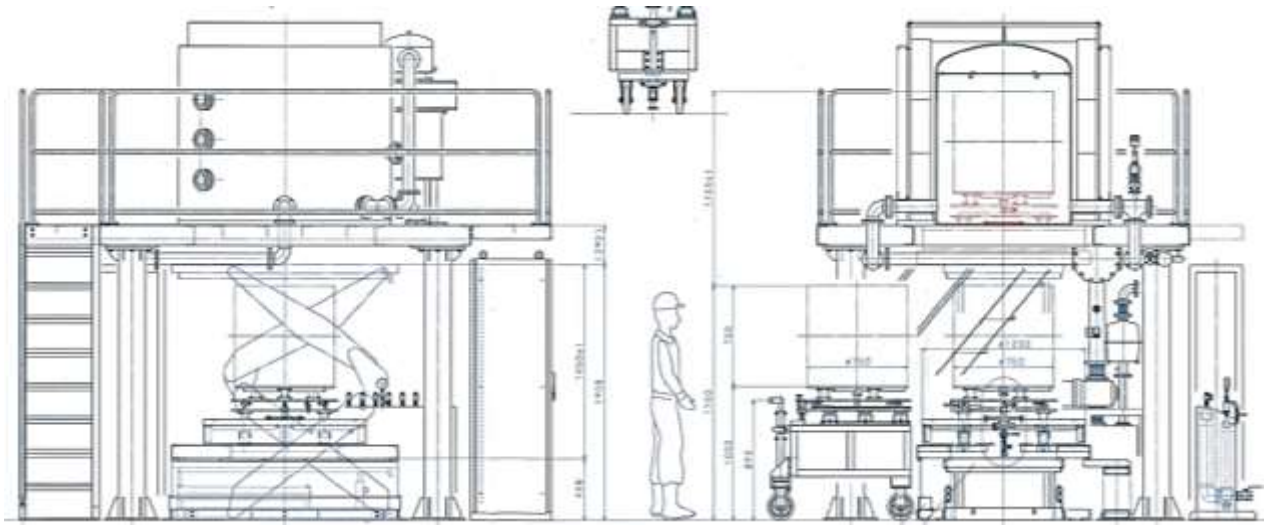


図 45　ハイブリッド型プラズマ窒化装置（HPN-K214）

年度目標のうち「脆弱化合物フリー化」については具体的な事業化準備に達し，平成30 年度内に販売開始できる見込みとなった．また，「サイクルタイム短縮 50%」は達成できなかったが，事業終了後も開発を継続して平成 30 年 8 月にサイクルタイム短縮30%を実現したいと考えている。

第４章　超音波を用いた窒化層深さの非破壊検査法の開発

４－１　非破壊検査法の概要

本研究テーマは，超音波を用いた窒化層処理深さの非破壊評価技術を確立するものである．本技術により，航空機分野で管理されている窒化層深さ（ビッカース硬さで生地より 50HV 高いところまでを窒化層深さと規定）を，まるで医者が聴診器を当てるような使い方で，その場で簡便に検査可能とすることを目的とする．上記目的の達成のため、用いた超音波モードは、材料感受性の高い横波かつ部材表面から検査ができる水平せん断波（透過 SH 波法）とした．図 46(a) に本測定システムの概略図を示す．また図 45(b)に本システムで得られる超音波受信波形イメージを示す．窒化処理層（拡散浸透層）は生地と組成（化学的結合状態）が異なることから弾性率が変化していると考えられる．すなわち材料音速が生地とは異なるものとなっていると考えられる．従って，図 45(c)に示すように窒化層の厚みの変化に伴い，超音波の伝播時間（あるいは音圧）が変化することが期待できる．このように，本研究では，窒化処理深さを変えた TP（試験片）に対し，超音波受信波形を取得，測定精度の高い計測マナーに基づく検量線法による非破壊検査技術を実験的に確立する．

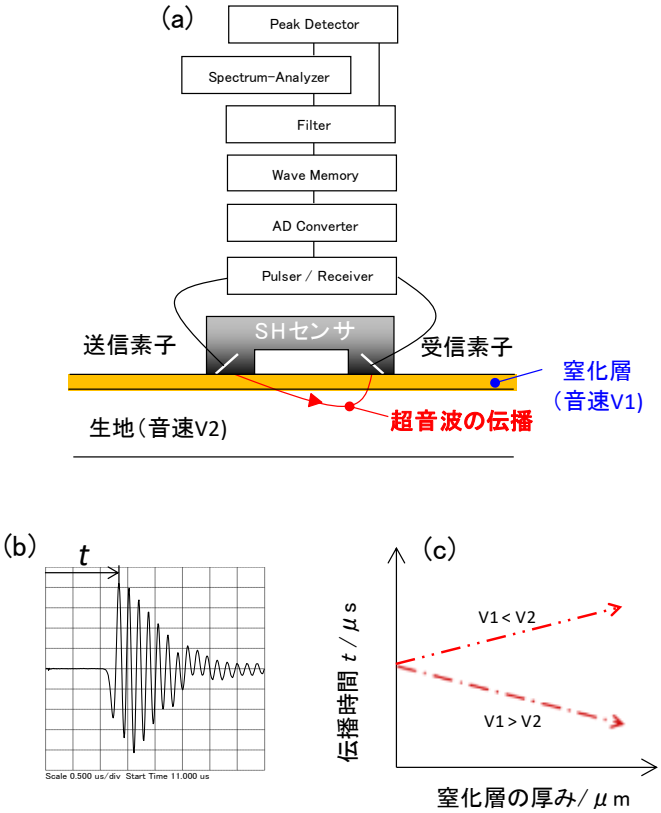


図 46 (a)回折 SH 波法による超音波測定
(b)受信波形イメージ
(c)検量線イメージ

４－２　平面における窒化層深さの非破壊検査

４－２－１　検量線の構築

供試材は SKD61 圧延材とし，ラップ加工後に熱処理時間（ホットウォール/バイポーラ DC プラズマ深窒化装置処理温度 540 ℃）を変え，窒化処理深さを 70,

100，200，300，400 および 440μm としたものを，それぞれ 2 個準備した（6 種類のねらい深さ，計 12 個の試料）．SH プローブは，中心周波数 5MHz，送受信角 18.5°及び 19°の 2 種を用い，与圧:1.53MPa，保持 3 分により音波を計測した．図 47 に各窒化深さに対する受信波形の変化を示す．処理深さの増加とともに，信号強度が小さくなる傾向が明らかになった．図 48 及び図 49 にそれぞれ送受信角 18.5°及び 19°のプローブを用いた場合の窒化深さに対する音波パラメータ（伝播時間，音圧）の変化を示す．なお，より安定したグリス接触のため，与圧保持時間は 210 秒（3 分半）とした．図中 RD は圧延方向，また TD はその垂直方向に伝播させたことを示す．結果，いずれのプローブ，また伝播方向においても，窒化深さの増加とともに伝播時間及び音圧は減少するリニアな傾向を示した（回帰直線の決定係数は軒並み 0.95 を超える高い相関性を示す）．この窒化層と音波パラメータの相関の要因は，窒化層の音速が生地より高い（弾性率が大きい）ことによる（音速が大きいほどより表層近傍に回折）．注目すべきは，これら異なるプローブ，異なる伝播方向，また異なる音波パラメータ（伝播時間、音圧）の間の比較から，バラツキの傾向まで全てのプロットで概ね同じ傾向を示しているということである．すなわち，このバラツキの主要因は，測定マナーによるものよりも，材料そのものの情報を正確に反映したものと考えられる．

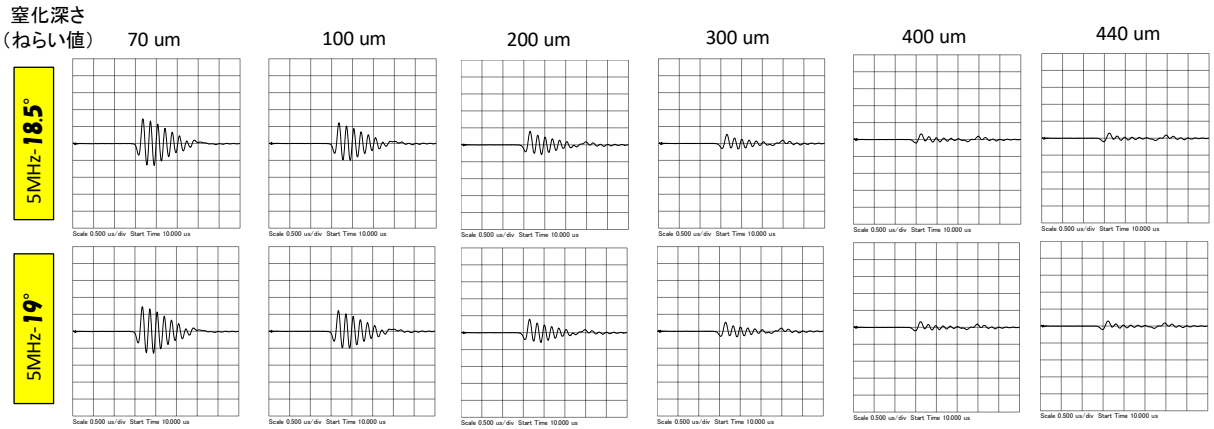


図 47　窒化深さに対する受信波形の変化

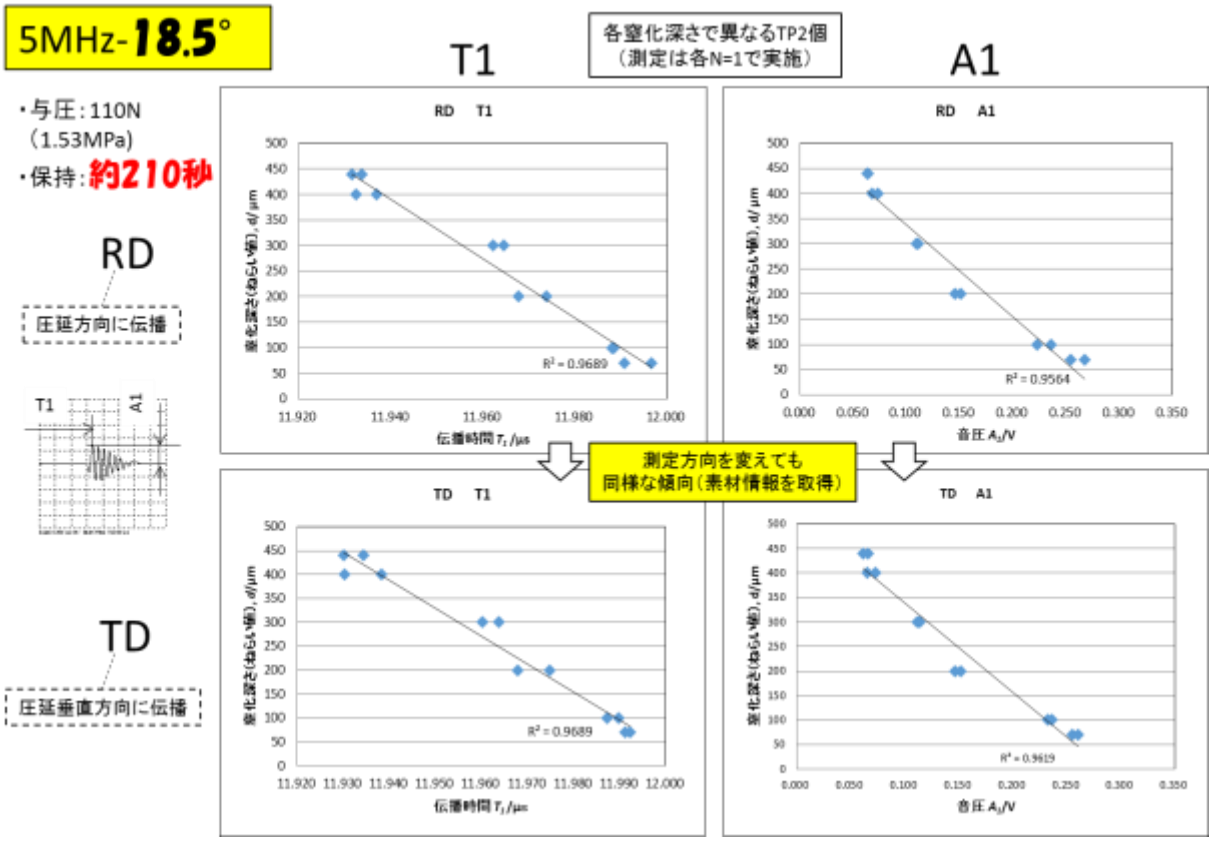


図 48　窒化深さに対する音波パラメータ（送受信角 18.5°，210 秒）

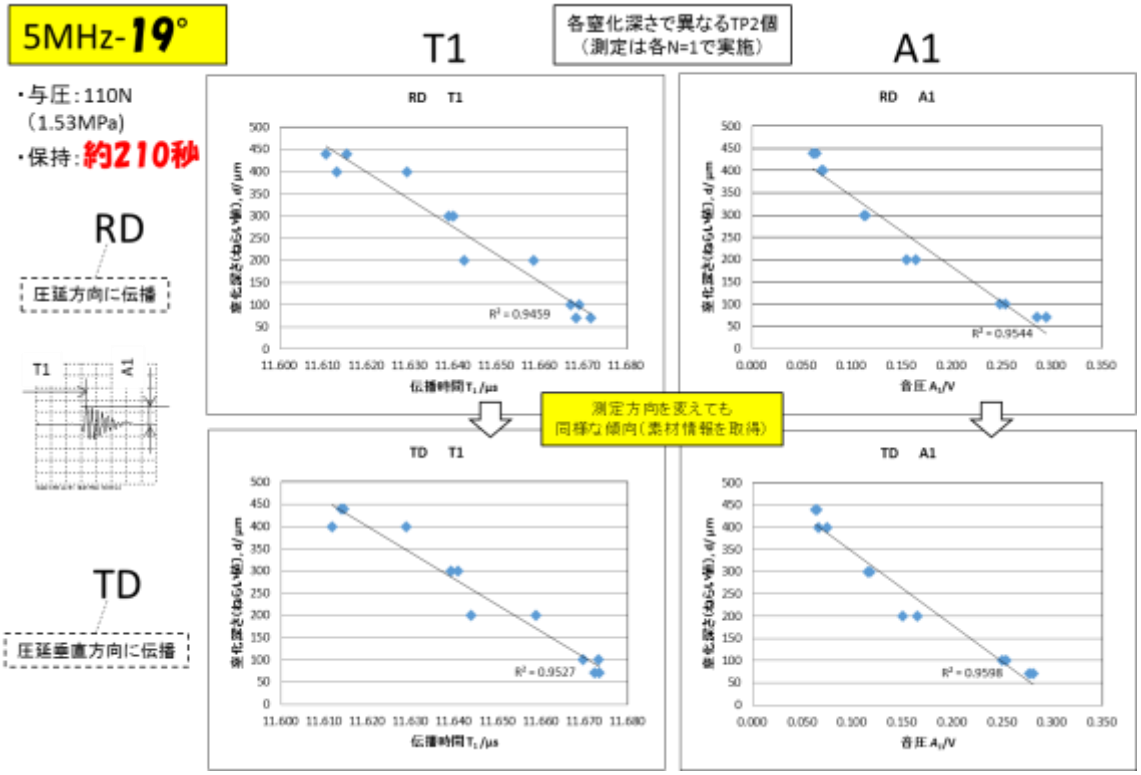


図 49　窒化深さに対する音波パラメータ（送受信角 19°，210 秒）

次に，図 48 及び図 49 のデータより，送受信角 18.5°と 19°の計測結果（伝播時間，RD）を同時にプロットした結果を図 50 に示す．決定係数はいずれも 0.95 前後であり，十分高い相関を示しているが，図 47 からも明らかなように，窒化層の厚みの増加とともに音圧が減少することから，より深く回折をし，また決定係数も高い送受信角 18.5°が深窒化層の計測により適していると考えられる．プローブの送受信角を 18.5°とし，与圧保持時間を安定化のためさらに長く 5 分とした場合の窒化深さに対する音波パラメータの関係を図 50 に示す．RD と TD，また伝播時間と音圧の関係は強く相関があり，また保持時間３分半の図 48 及び図 49 とも概ね同様である（材料情報を強く反映した結果と言える）．ここで，先に得られた図 48 及び図 51 のデータをもとに，同一プローブ（18.5°）において，与圧保持時間が伝播時間に及ぼす影響を図 52 に示す．窒化処理が深いほど与圧保持時間の影響は小さくなっていることが分かる．今回ねらいとする窒化深さは約 400μm のため，この傾向は安定な測定に好都合である．なお，この挙動要因は窒化処理の深さに伴い表面がより粗れ，グリスフィルムがより早く安定化するためと思われる．

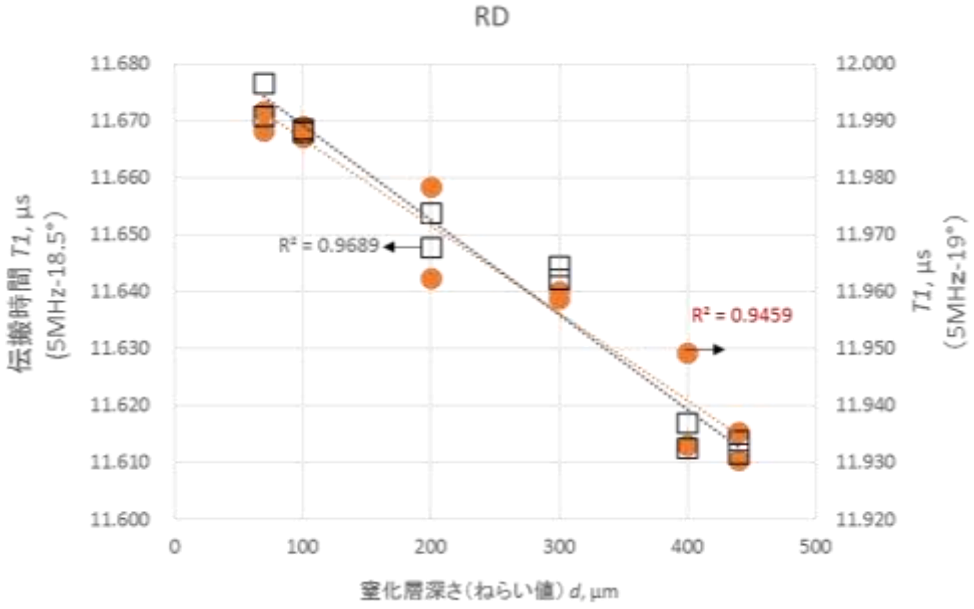


図 50　窒化深さと伝播時間の関係（送受信角 18°Vs19°）

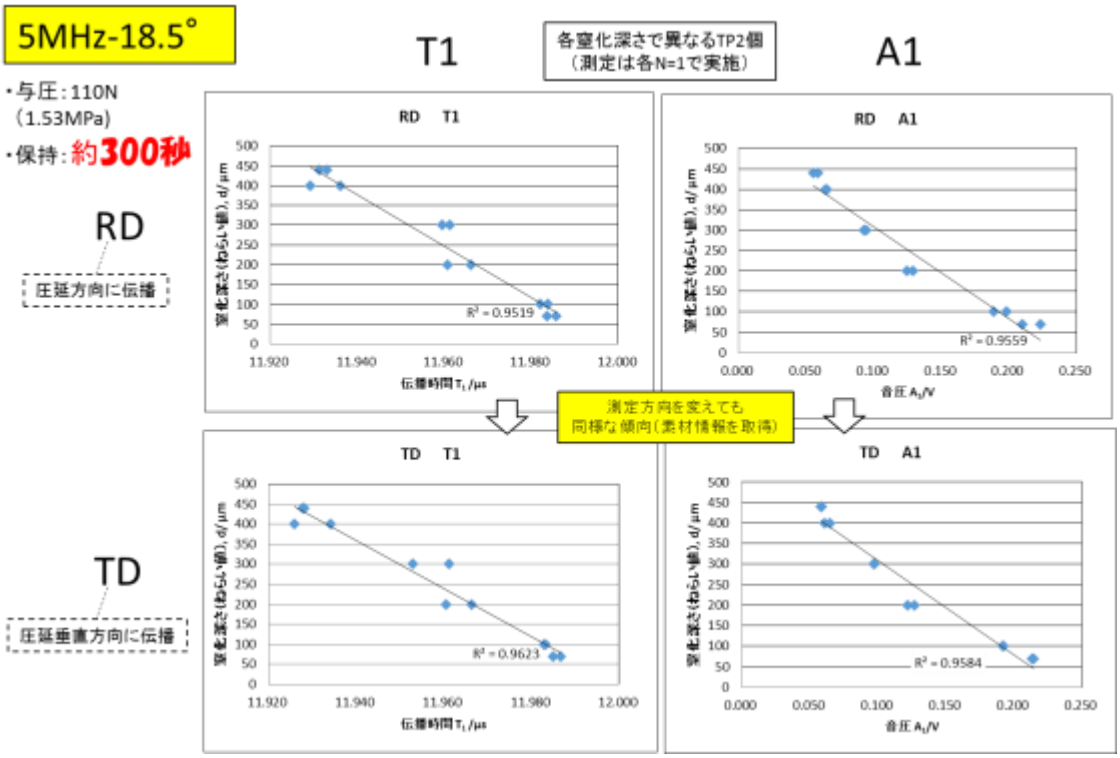


図 51　窒化深さに対する音波パラメータ（送受信角 18°，300 秒）

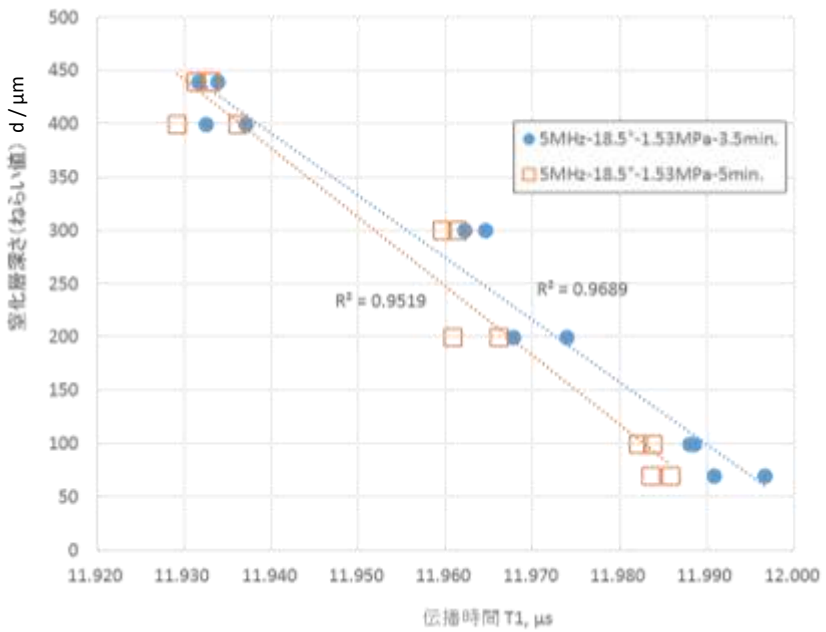


図 52　窒化深さに対する音波パラメータ（送受信角 18°，300 秒）

次に検量線のバラツキ特性についてさらに検討するため，各窒化層深さで 2 点ずつのデータ（TP セット No.1 及び No.2）をそれぞれ分離したプロットを図 53 に示す．先に示した通り，窒化深さに対する伝播時間の関係は，TP セット No.1 と No.2 で非常に良く似た傾向を示し，また，窒化ねらい深さ 300μm のデータが検量線からのかい離が特に大きいことが顕在化した．この要因として，窒化深さはねらい値であり，この 300μm の処理深さは，実際は浅いことが考えられる（250μm～280μm 程度）．あるいは，音波に大きな影響を与える組織的な特異性が考えられる．

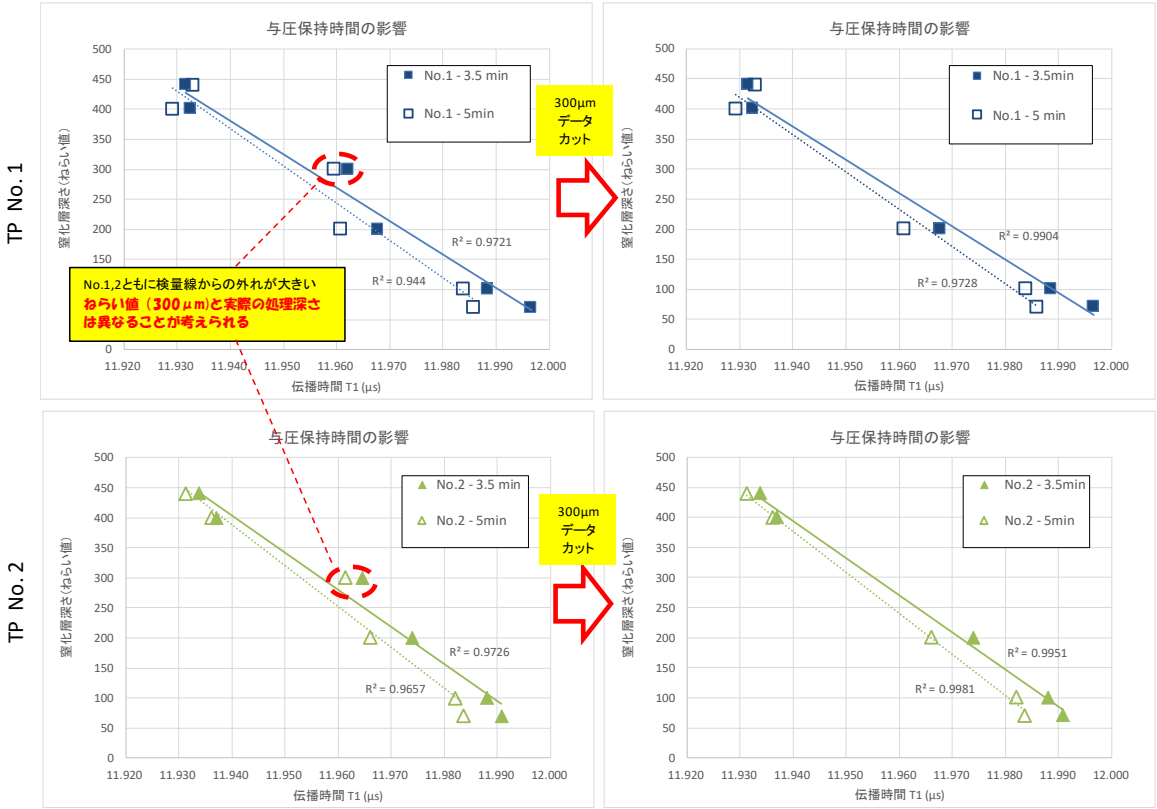


図 53　与圧保持時間の伝播時間に及ぼす影響

4－2－2　検量線バラツキ要因の検討

先に取得されたデータの検量線からのバラツキの要因検討を行う．本窒化処理に伴う表面粗さの変化について図 54 に示す．なお，スタイラスの走査距離は 4mm とし，データは RD と TD の平均値として処理した．また，TP セット No.1 及び No.2 を同時にプロットしてある．これより表面粗さは，窒化深さの増加とともに増大する傾向にあることが分かる．このことは窒化処理が深いほど計測結果が安定する超音波データの傾向に合致する．本研究が狙いとする窒化深さ約 400μm では，Ra の範囲が約

0.1μm～0.18μm であることから，伝播時間のバラツキは最大 3ns～5ns 程度と予想できる．

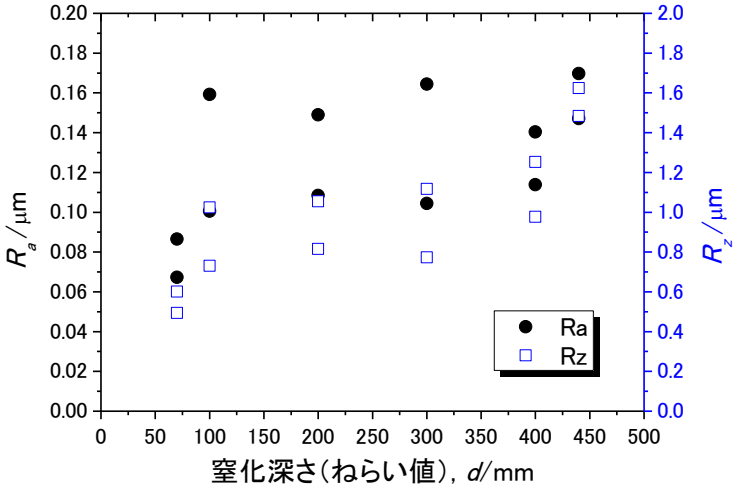


図 54　窒化処理深さに伴う表面粗さの変化

４－２－３　音響異方性の検討

次に音響異方性の検討を行う．図 55 に RD と TD について，TP セットまた与圧保持時間の観点から整理したプロットデータを示す．RD と TD のデータの差は，これら 4 種類のグラフで見ても，2ns～3ns 程度の差しか無いことが分かった．

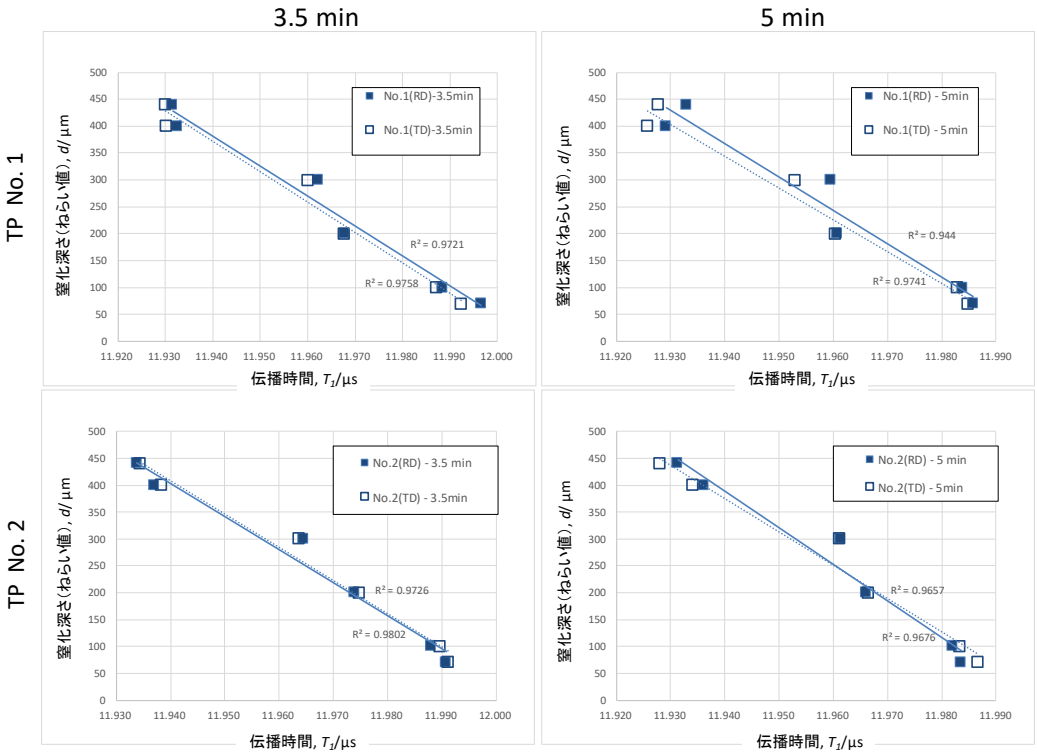


図 55　窒化処理深さに伴う表面粗さの変化

４－２－４　残留応力の影響

本測定法において，先に検討した表面粗さ，集合組織由来の音響異方性のほかに，測定に影響を与えることが知られる要因の一つとして，残留応力（格子歪）がある．残留応力の SH 波伝播挙動への影響は音弾性効果として明らかになっている．窒化深さの増加に伴う残留応力の変化及び音波に与える影響について検討した．

残留応力の測定には，X 線を単一入射しデバイ環により計測ができるパルステック工業㈱製のμ-360（Cr 管球，30 kV，コリメータ径 1 ㎜）を用いた．平板試験片（SKD61：60 mm×60 mm ×t10 mm）の表面中央部において圧延方向（RD）及びその垂直方向（TD）に測定した．なお，供した試験片は，プラズマ深窒化処理を実施したものとした（ホットウォール/バイポーラ DC プラズマ深窒化装置，処理温度 540 ℃，窒化深さねらい値 70μm，100μm，200μm，300μm，400μm 及び 440μm のセット No.1 及び No.2）．図 56 に残留応力測定結果を示す．残留応力の挙動は，得られた超音波による検量線とは異なるものの特徴的であることが明らかになった．残留応力場は窒化処理により大きく圧縮となるが，窒化処理深さの増加とともに徐々に緩和され，処理深さ 200 μm ねらいにおいて最も緩和される傾向を示した．また処理深さ 200μm 以上では，熱処理深さの増加とともに，徐々に圧縮残留応力場へシフトする傾向を示した．この挙動は RD と TD で異方性が小さく，また異なる TP セット（No.1 と No.2）でも同様な傾向を示した（再現性が高い）．この挙動自体は熱処理深さに対してリニアなものでないことから，残留応力場は超音波データには支配的な影響を及ぼしていないと考えられる．よって窒化処理による組織変化が支配的な影響因子と理解できる．なお，この特徴的な残留応力場の挙動については，熱処理に伴う表層の膨張とき裂の成長等とのバランス（圧縮応力場形成の駆動力と緩和機構のバランス）などが考えられるがメカニズムは明らかでない．しかしながら，窒化処理により圧縮残留応力場を制御することができれば疲労寿命向上の点から有意義な技術になると期待できる．

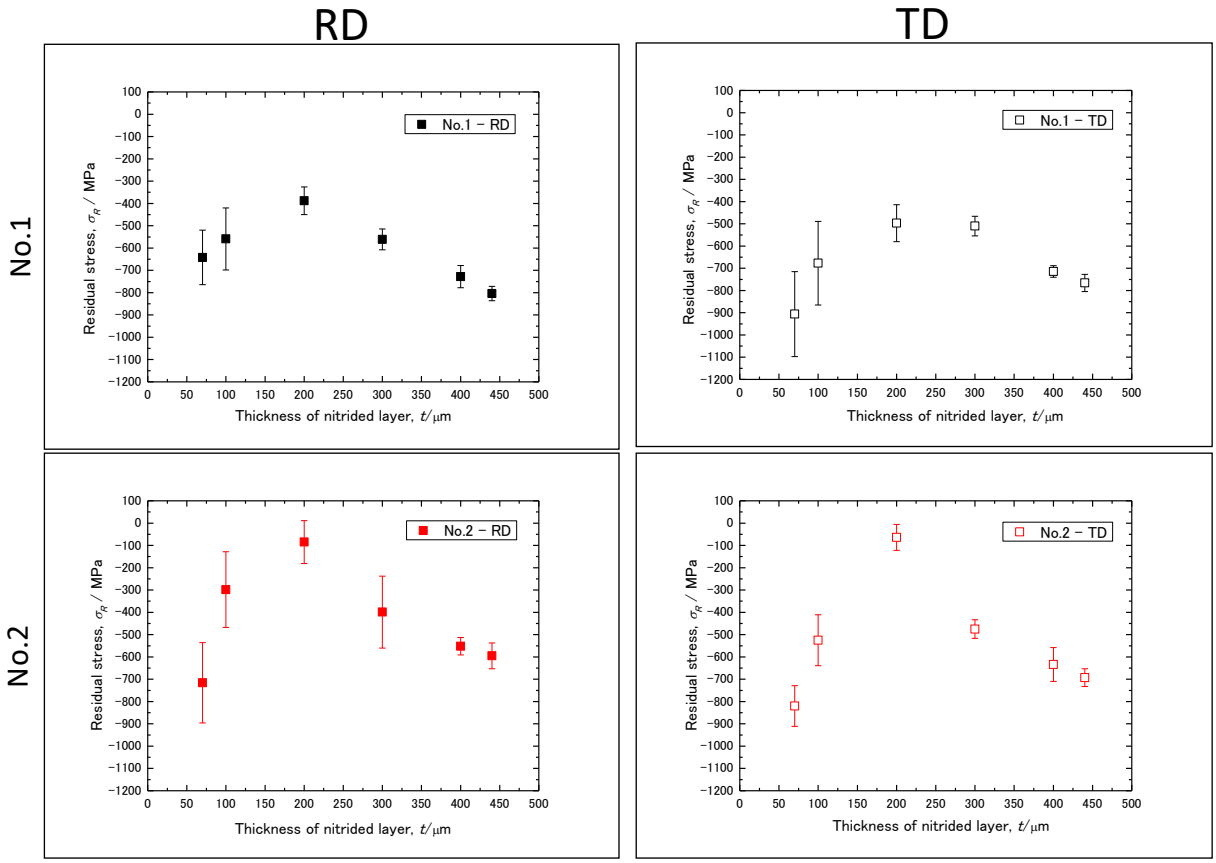


図 56　窒化処理深さ（ねらい値）に伴う残留応力の変化

４－２－５　金属組織の影響

次に，実際に超音波測定した試験片の内，セット No.1 の試験片（窒化深さねらい値：70 μm，200μm 及び 400μm）を破壊試験に供し，その金属組織及び化学成分分析を X 線マイクロアナライザー（EPMA）及び電界放出形走査電子顕微鏡（FE-SEM）付帯の電子線後方散乱回折法（EBSD）により評価した．図 57 に EPMA により取得した各窒化深さねらい値における反射電子像(CP)及び面分析結果（Fe, N）を示す．窒化深さの増加に伴い，極表面及び旧オーステナイト粒界に N が濃化していることが分かる．なお，粒界における濃化については，当該箇所には格子欠陥が多く，拡散係数が大きいことによることが考えられる．図 58 に結晶性の差によりコントラストが得られる EBSD の IQ マップを示す．窒化深さの増加に伴い暗い箇所も深くなっていることが分かる．この相対的に暗い箇所は窒化による歪（主な機構として鉄に含まれる合金元素と窒素とのナノオーダーの析出物による）を示している．このように，窒化では母相の鉄の規則格子が歪むことにより硬さが増加していることが分かる．図 59 に表層近傍における EBSD の Phase マップを示す．ここで赤はα相(bcc)，緑は

γ相(fcc)である．窒化深さの増加に伴い表層にγ相が形成されていくことが分かる．このγ相は結晶構造からも過剰な窒素により生成した鉄と窒素の化合物相（Fe_4N）であることが考えられる．これはミクロンオーダーの窒化物で，脆弱化合物相，いわゆる白層に相当すると考えられる．

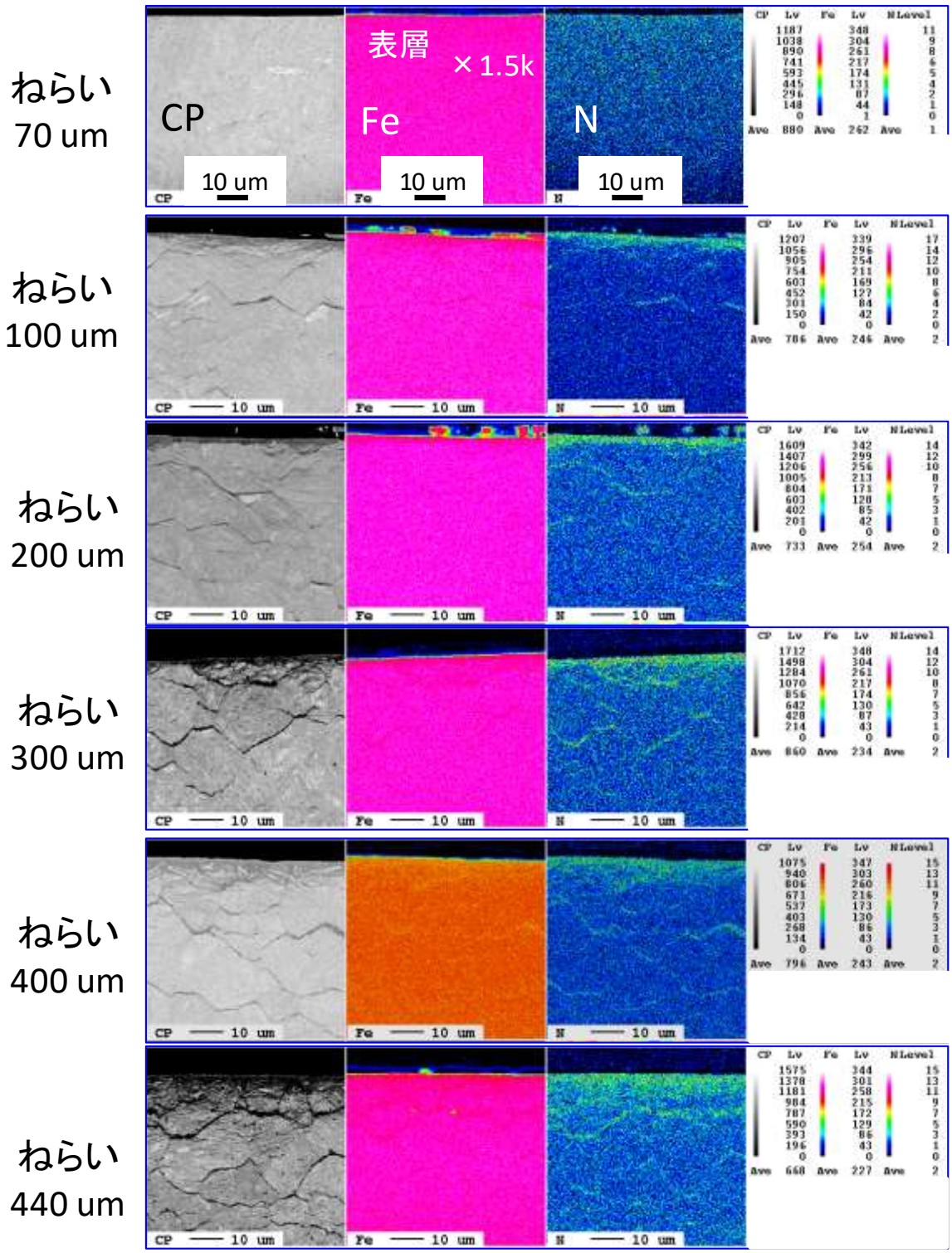


図 57　窒化処理深さ（ねらい値）に伴う組織及び化学成分分布(Fe, N)の変化

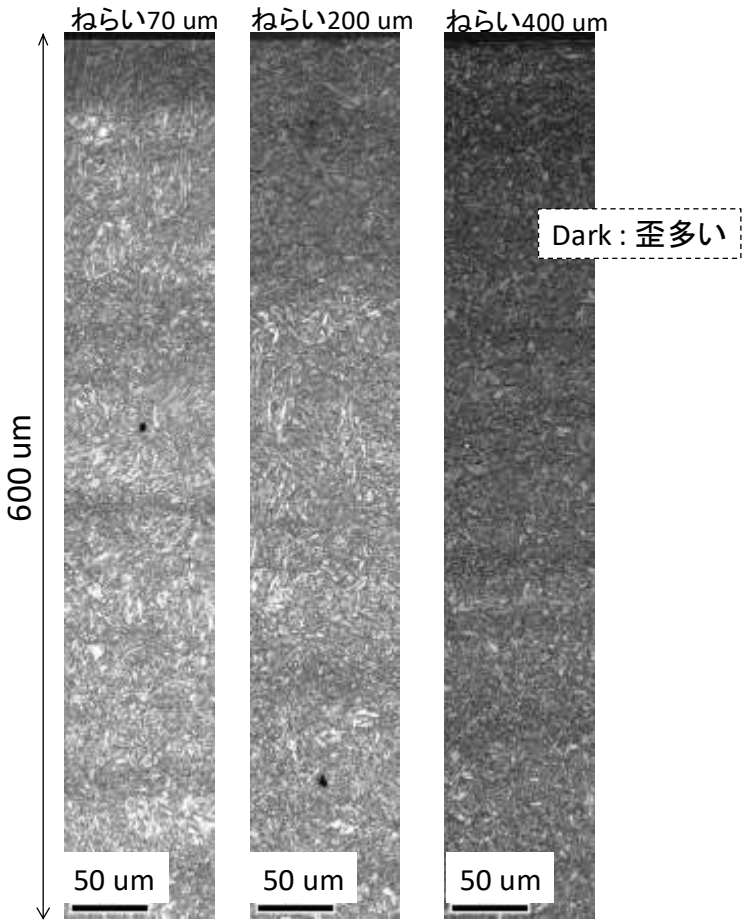


図 58　窒化処理深さ（ねらい値）に伴う結晶性の変化（EBSD IQ map）

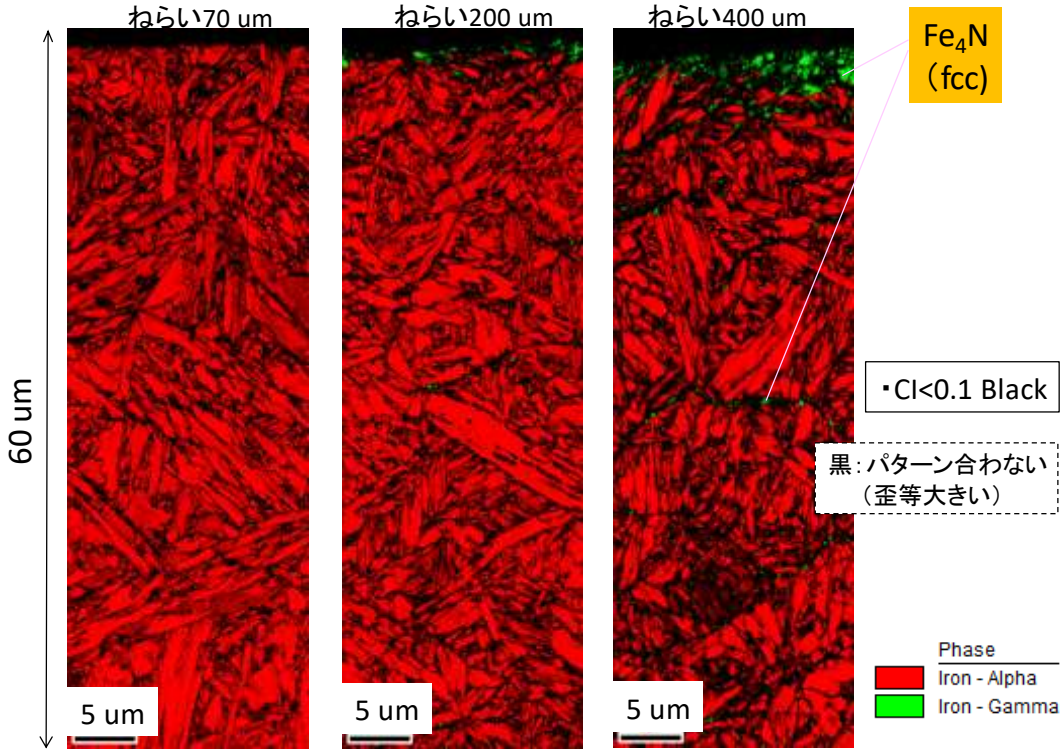


図 59　窒化処理深さ（ねらい値）に伴う結晶構造の変化（EBSD Phase map）

以上の組織情報を踏まえ，窒化深さ（ねらい）の増加に伴う表面からの窒素分布をEPMA の線分析により評価した．図 60 にその結果を示す．組織評価に見られたように，最表面には窒素濃度が一段と高い範囲が認められる（白層に相当）．また X 線強度がバックグラウンド（BG）に到達する深さとして窒素の拡散深さを測定，そのねらい値で除した数値を比較すると，特にねらい値 300μm の処理が，実際は窒素の拡散が相対的に浅いことが分かる．

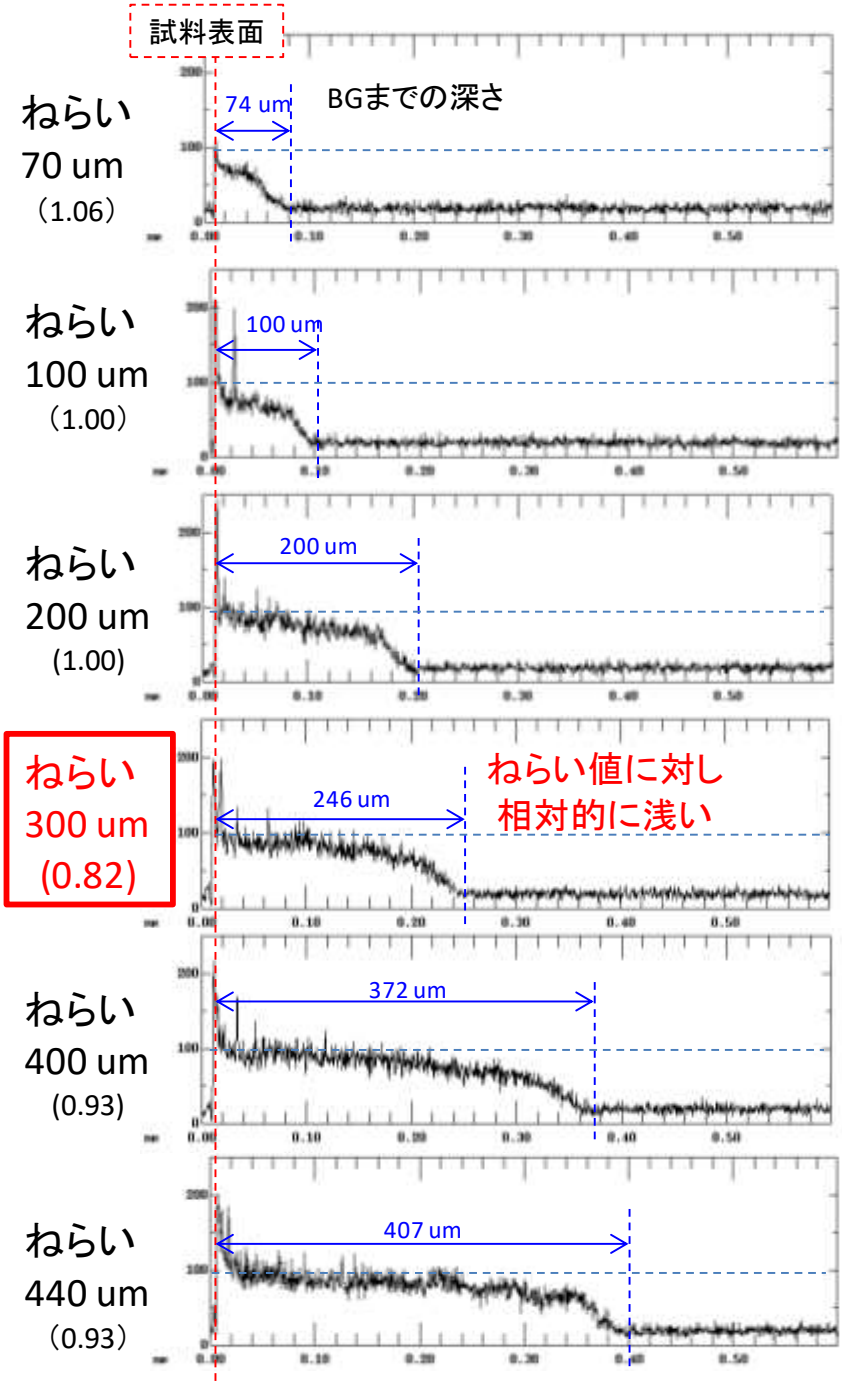


図 60　窒化処理深さ（ねらい値）と窒素分布 EPMA 線分析（平板）

次に超音波測定の答え合わせとして，先の組織評価にも供した試験片セット No.1 の各ねらい値の実際の硬さ分布をビッカース硬さ計により取得し，生地より 50HV 高い位置を有効硬化深さとして求めた．なお，硬さ測定は荷重 50gf とし，深さ方向の測定間隔を 0.1mm として実施した．ここで，ビッカース硬さは局所的な評価であり，バラつきが大きく熱処理に鈍感な指標である．生地の硬さをどう判断するかで有効硬化深さは大きく変化する点は注意しなければならない．図 61 に測定結果を示す．先の超音波及び EPMA による窒素線分析結果と同様に，処理深さねらい値 300μm は相対的に浅い処理になっていることが分かった．

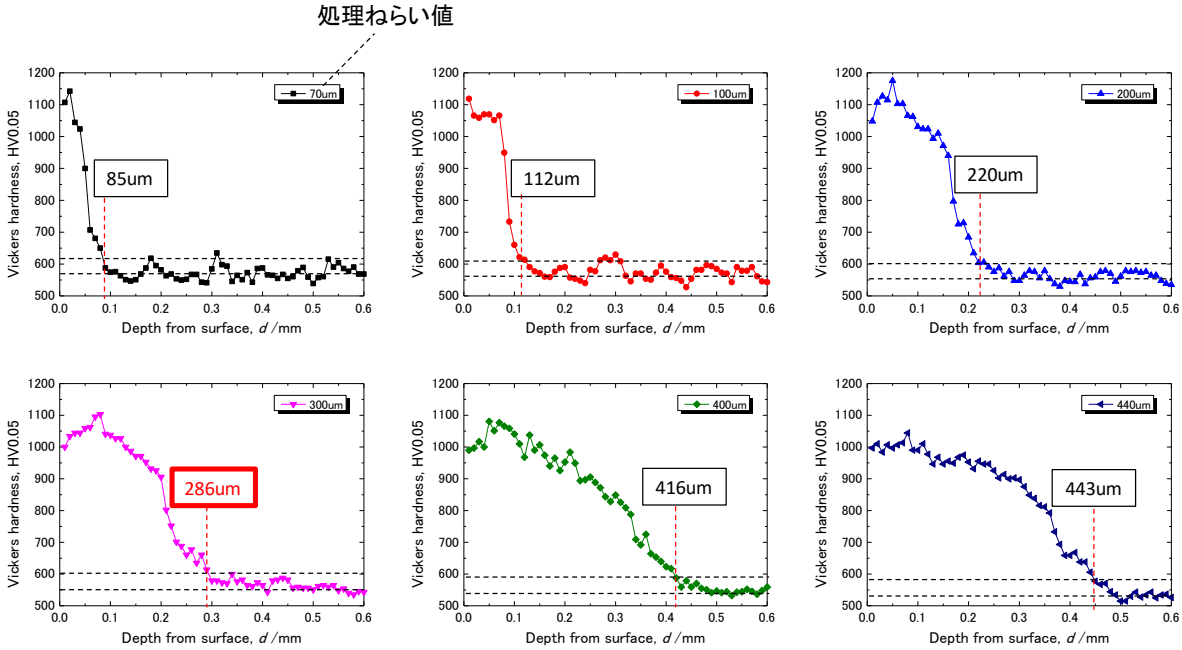


図 61　各窒化処理深さ（ねらい値）におけるビッカース硬さ分布（平板）

この実際の硬さ分布の結果から，先に得られていた超音波検量線を補正した．その結果を図 62 に示す．計測マナー2 種（3.5 分保持及び 5 分保持）及び測定方向（RD，TD）に拘わらず，いずれの検量線も決定係数は大きく向上した（～0.99）．熱処理においては，炉内の位置やワーク形状等の影響により，実際の処理深さは，このようにバラつくことが予想される．超音波による測定であれば，任意位置の処理深さをほぼ正確に測定できることが示された．

しかしながら，図 61 からも明らかなようにビッカース硬さは局所的なものであるため，微視的組織の影響を強く受けることから数値が安定しておらず，これを待って

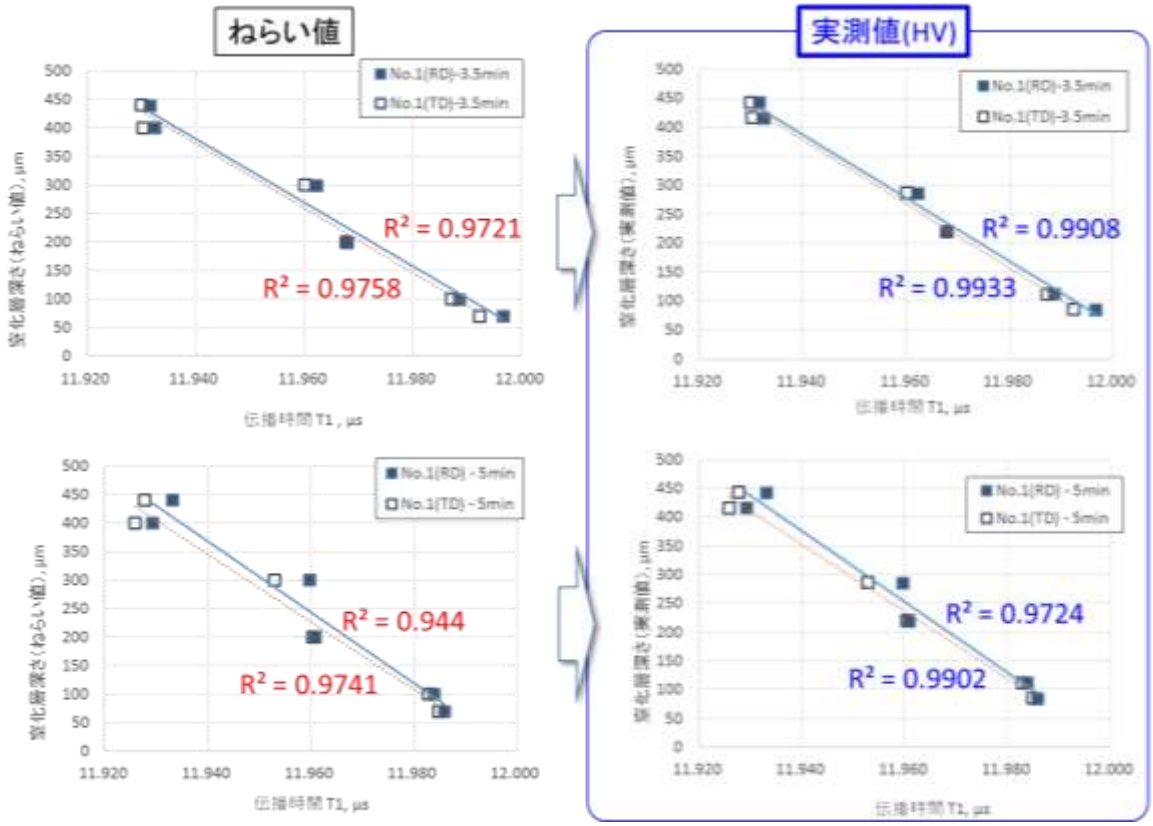


図 62　実測硬さによる検量線の補正（平板）

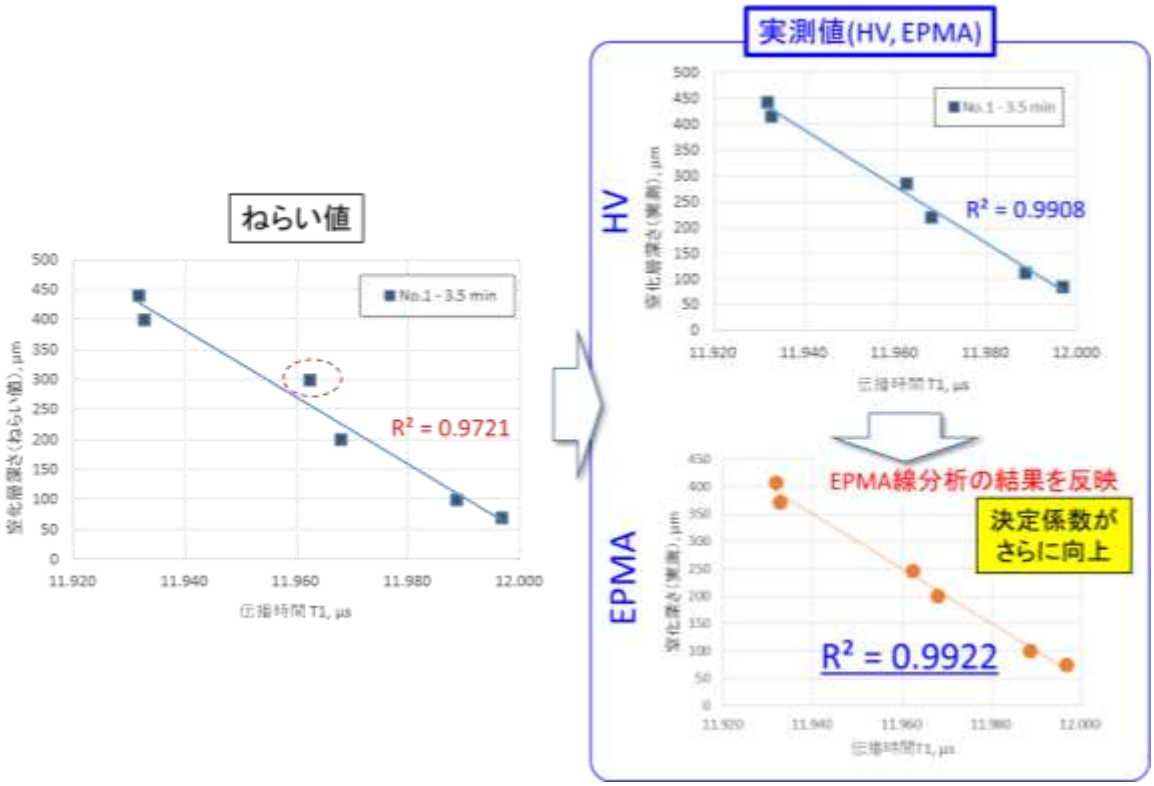


図 63　窒素拡散深さによる検量線の補正（平板）

測定精度を語るのはナンセンスであると考えられる．硬さは窒素の拡散により得られるため（合金元素との析出物による歪による），先に得られた表面からの窒素の拡散深さにより検量線を補正した．その結果を図 63 に示す．窒素の拡散深さは BG も安定しており，ビッカース硬さ分布よりも判断に誤りが小さいと考えられる．得られた検量線の決定係数はビッカース硬さ分布の実測結果から補正したものよりもより高精度なものとなった．平板における窒化深さの非破壊計測手法の開発に取組み，（硬さ分布及び窒素分布のいずれを正としても）その検量線は目標を十分上回る精度で構築できた（決定係数：0.99 > 目標値：0.95）．

４－３　円筒内面における窒化深さの非破壊検査

４－３－１　検量線の構築

超音波測定に供した試験片は，プラズマ窒化処理された円筒試験片である（SKD61，φ100mm -φ80 mm - w50 mm，ホットウォール/バイポーラ DC プラズマ深窒化装置，処理温度 500℃，窒化ねらい深さ 0μm，100μm，200μm，300μm，400μm 及び 450μm の 6 種類を各 2 セット）．図 64 及び図 65 に，それぞれ送受信角 18°及び 18.5°により取得した窒化処理深さと SH 波受信波形の関係を示す．

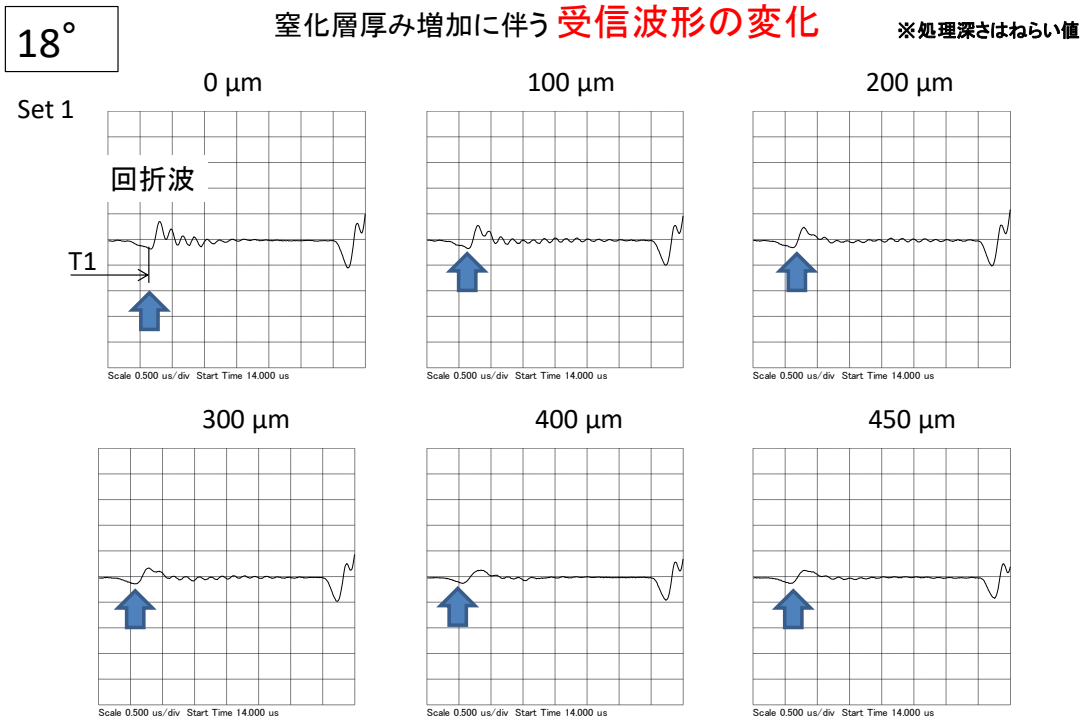


図 64　窒化処理深さ（ねらい値）に対する受信波形の変化（円筒内径，SH プローブ 18°）

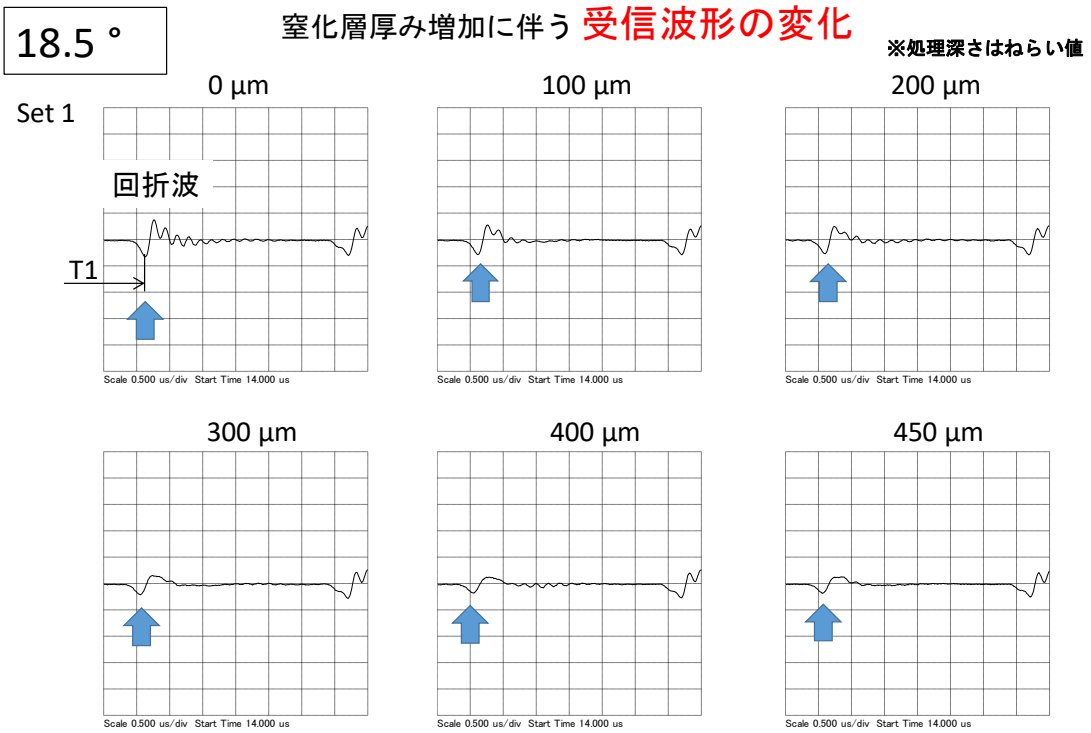


図 65　窒化深さ（ねらい値）に対する受信波形の変化（円筒内径，SH プローブ 18.5 °）

いずれの送受信角でも回折波の強度は窒化処理深さの増加に伴い減少していることが分かる．次に各プローブで，回折波の到達時間 T1 を計測し，窒化深さ（ねらい値）に対して検量線を得た．その結果を図 66 に示す．これら計測において安定化条件は同じであるが，検量線のバラつきは送受信角 18° で大きく，一方，18.5° では，異なる TP（N=2）間のバラつきも小さく安定していることが分かる．決定係数も 0.94 と目標値に近い．このことから，円筒用(R40)の測定においては，SH プローブの送受信角

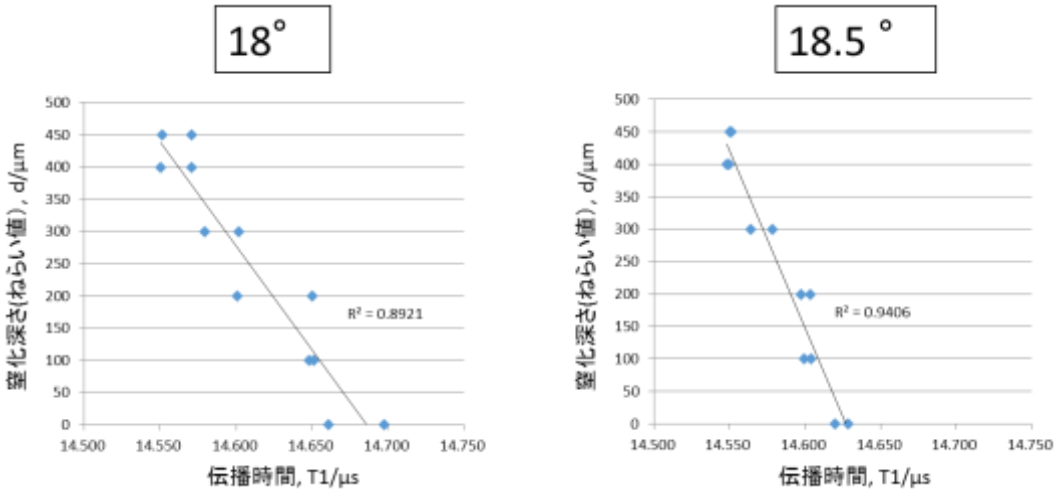


図 66　窒化深さ（ねらい値）に対する検量線（送受信角 18 ° 及び 18.5 °）

18.5°の検量線を採用することにした（18°の方は波形が比較的ブロードであり，時間軸分解能が悪いためと考えられる）．

次に，得られた検量線（窒化深さねらい値）について，材料解析（答え合わせ）により補正を行う．図 67 は図 66 の検量線において，材料解析を行う試験片セット No.１のデータである．これを見ると，処理深さねらい値 400μm 及び 450μm のデータが関係逆転していることに気付く．平板 TP で示したように超音波データが正しいとすれば，ねらい値 450μm は，ねらい値 400μm よりも実際は浅い処理になっていることが推察される．破壊試験によりこれを確認する．

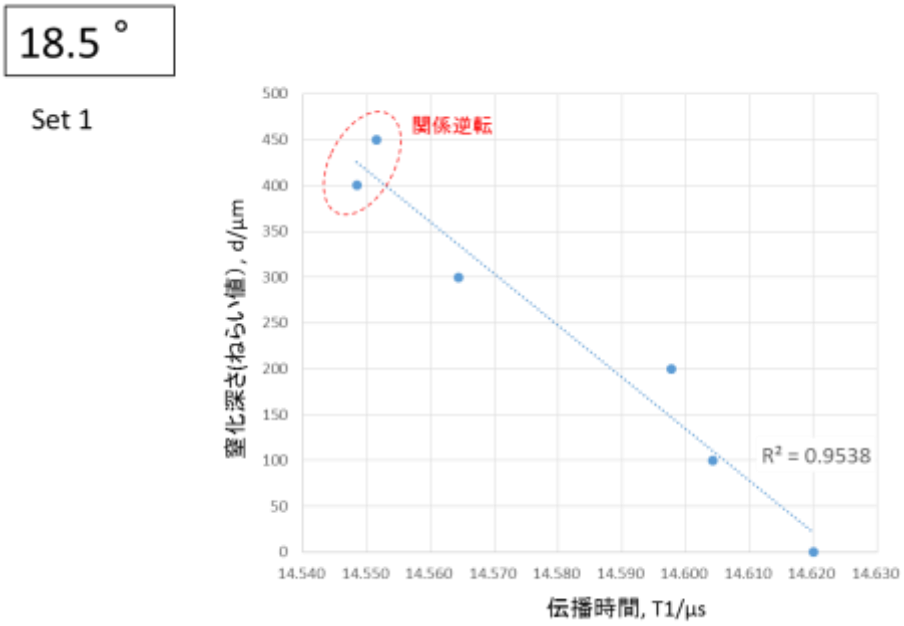


図 67　窒化深さ（ねらい値）に対する検量線（送受信角 18°及び 18.5°）

４－３－２　検量線バラツキ要因の検討

図 67 の超音波データ取得に供した試験片セット No.１の材料解析位置は図 68 に示す通りである．マイクロカッターにて切り出した後，熱可塑性の導電性樹脂を用いて加熱・加圧により成形し，１μm のダイヤモンドペーストで最終仕上げ（研磨）した．

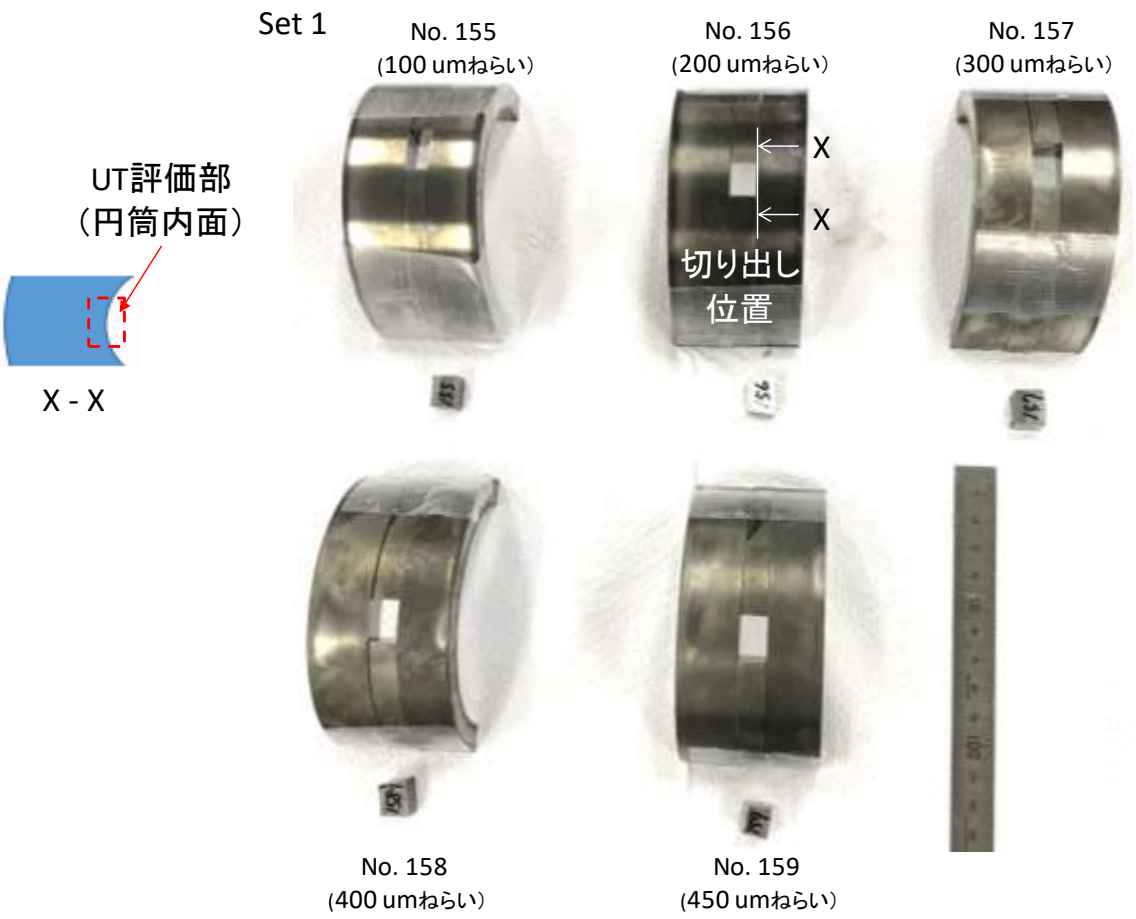


図 68　材料解析用試料切り出し位置（セット No.１）

図 69 に各窒化処理（ねらい値）と EPMA により取得したその断面組織写真（反射電子像）を示す．コントラストの差から，窒素の拡散範囲また表面に窒素が顕著に濃化した化合物相が形成されていることが分かる．平板の試験片と同様に，格子欠陥により拡散係数の大きいと思われる粒界にも濃化している．この化合物相は窒化処理ねらい値 100μm の試験片においても数μm 厚の層として確認できる．また，窒化処理ねらい値 300μm 以上では，その厚みは 10μm を超え，ボイドや当該層を伝播するクラックが認められた．

図 70 に各窒化処理（ねらい値）の最表面近傍における EPMA 面分析（Fe, N）結果を示す．図 69 に示した通り，反射電子像のコントラストが異なる層(暗い箇所)には顕著に窒素が濃化していることが確認できる．当該層は，過剰な窒素と鉄との化合物（脆弱化合物相）と考えられる．

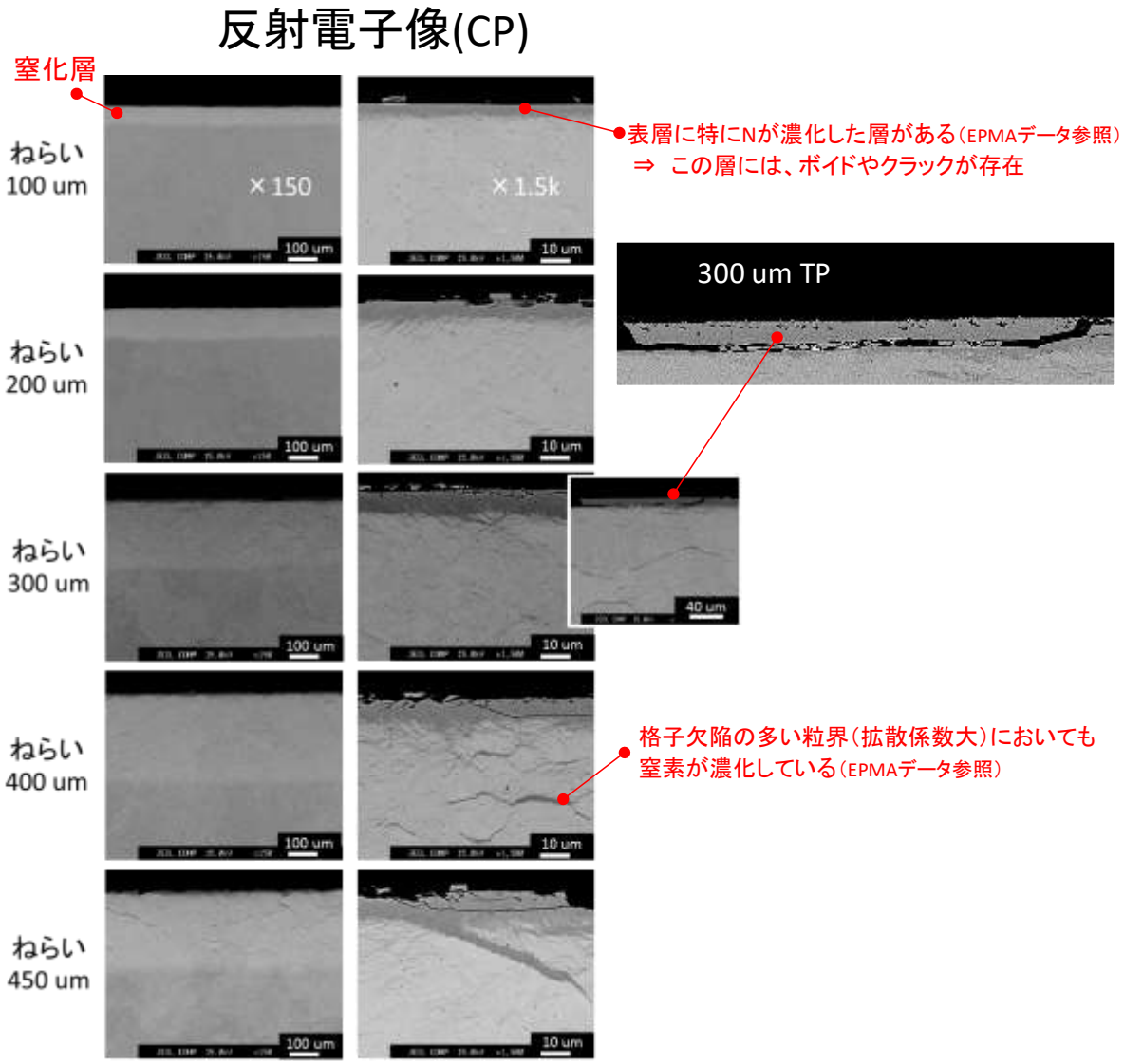


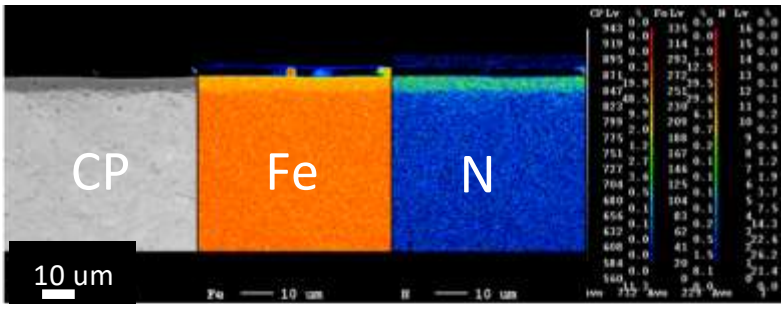
図 69　各窒化深さ（ねらい値）に対する反射電子像（円筒内径表層）

図 71 に窒化処理（ねらい値）400μm における表層の EBSD による解析結果を示す（IQ, IPF, Phase, KAM 及び GROD）．先に実施した平板試験片同様，EBSD の Phase map より，EPMA で確認できる脆弱化合物相は fcc 相であることが分かり，これは Fe_4N と推定される．また，IQ，KAM, GROD map より，当該層は特に結晶性が悪く（歪が大きく），また当該化合物相下部の内部（正常な窒化層）についても，相当量の歪が入っていることが確認できる．

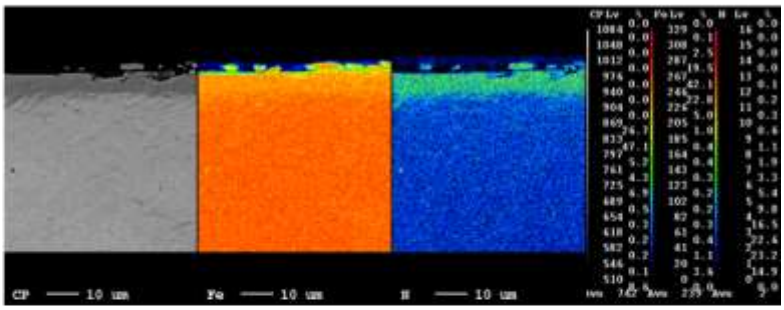
EPMA面分析 (Fe, N)

Set 1

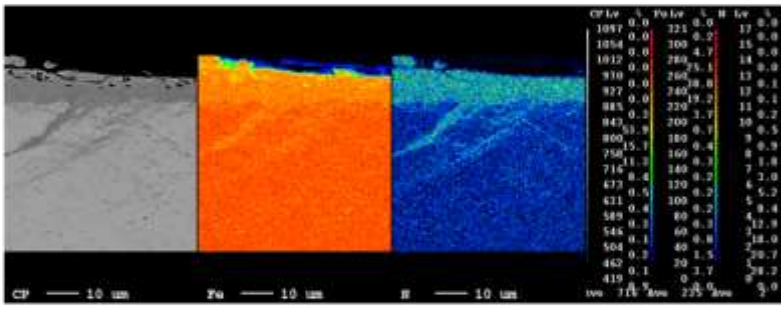
ねらい
100 um



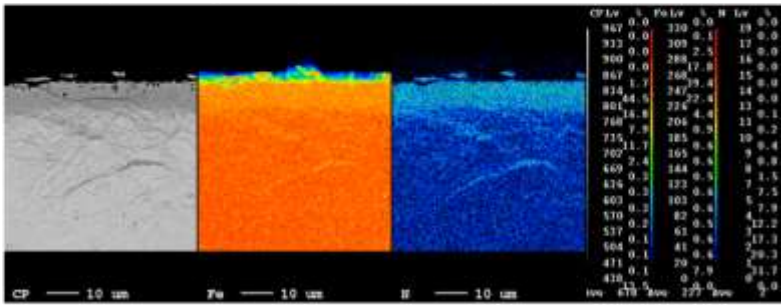
ねらい
200 um



ねらい
300 um



ねらい
400 um



ねらい
450 um

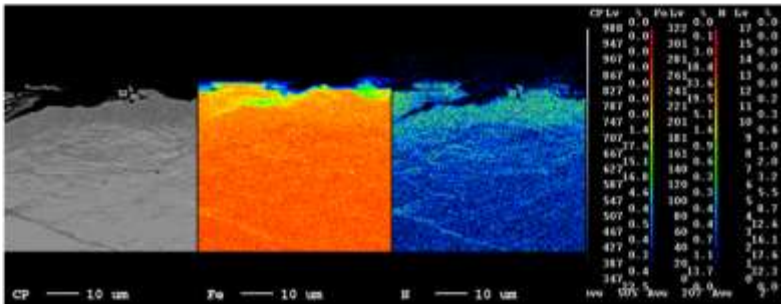


図 70　窒化深さ（ねらい値）に対する EPMA 面分析（円筒内径表層）

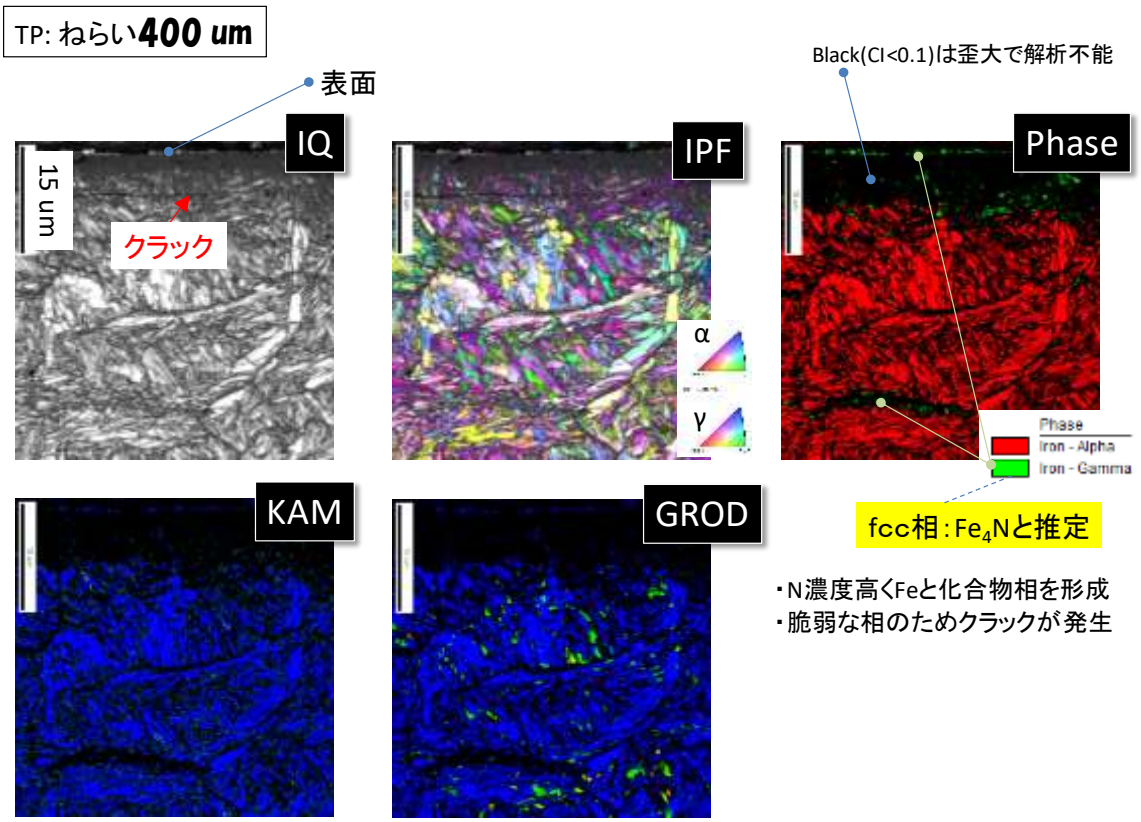


図 71　窒化表層における EBSD 解析（円筒内径，窒化ねらい値 400μm）

以上の組織情報を踏まえ，窒化深さ（ねらい）の増加に伴う窒素分布を EPMA の線分析により評価した．図 72 にその結果を示す．組織評価に見られたように，最表面には窒素濃度が一段と高い範囲が認められる（白層に相当と推定）．またバックグラウンド（BG）までの X 線強度で窒素の拡散深さを測定，そのねらい値で除した数値を比較すると，特にねらい値 200μm 及び 450μm の処理が，相対的に窒素の拡散が浅いことが分かる．この得られた EPMA 線分析結果から，円筒内面の超音波検量線データを補正した．図 73 に補正前後の結果を示す．関係が逆転していたねらい値 400μm と 450μm のデータも精度よくプロットされ，検量線の決定係数は大きく改善した（0.95 ⇒ 0.99）．

次に，平板試験片と同様にそれぞれのビッカース硬さ分布を測定した．ビッカース硬さは局所的な情報のため，ベースラインの取り方次第でバラつきは小さくないものであるが，図 74 のようにそれぞれ有効硬化深さを求めた．結果，EPMA の線分析結果の通り，処理ねらい値 200μm 及び 450μm は相対的に硬化層が浅いことが分かった．この結果から，図 75 に示す通り超音波データ検量線を補正した．EPMA に

よる補正とほぼ同等な検量線が得られ，決定係数は大きく改善した（0.95 ⇒ 0.99）．

以上より，平板試験片と同様に，円筒内面への適用においても本研究で行った超音波測定法は窒化による処理深さを正しく評価することが可能であることを示した（決定係数：0.99 ＞ 目標値 0.95）（目標達成）．

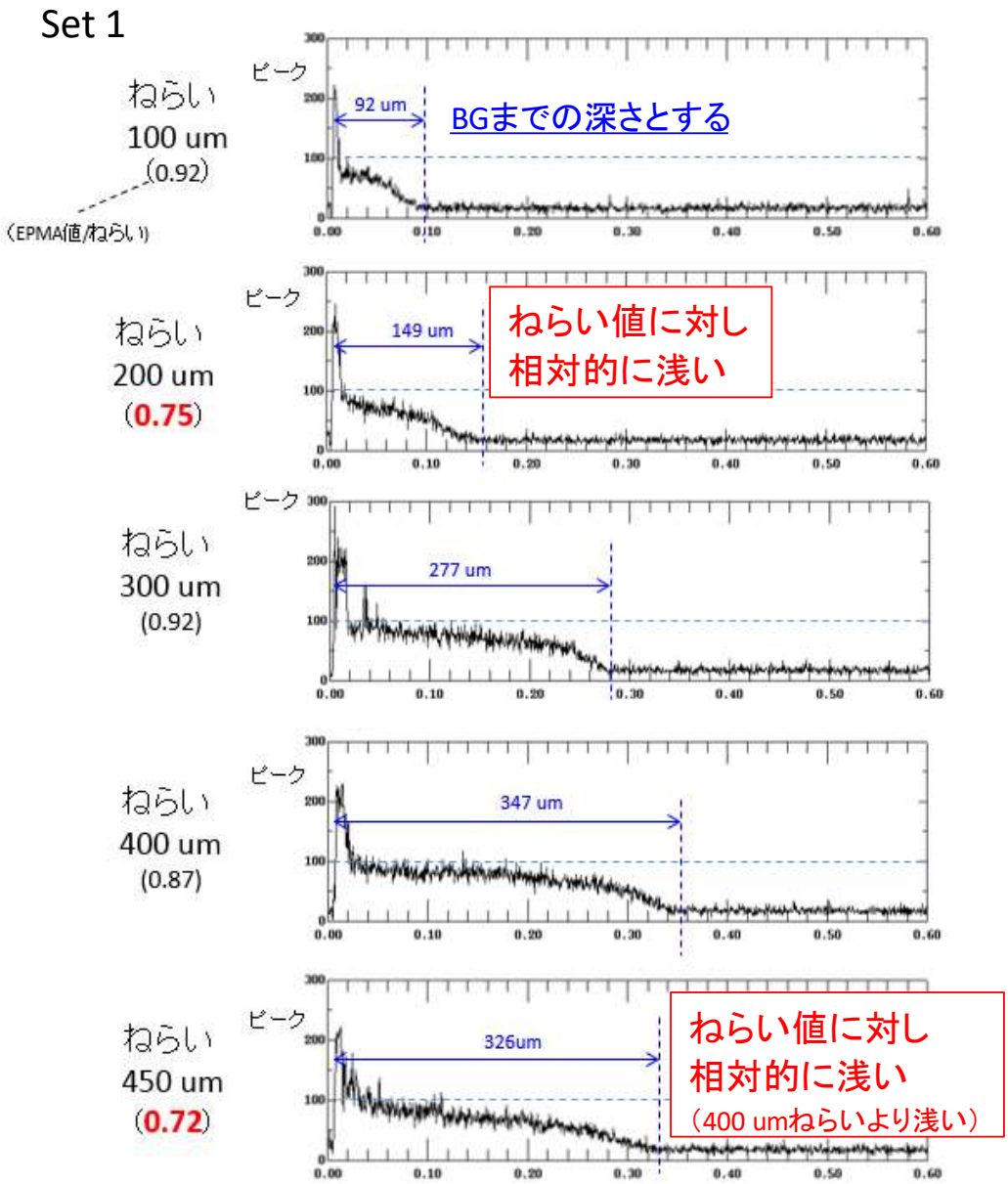


図 72　窒化処理深さ（ねらい値）と窒素分布線分析（円筒内径）

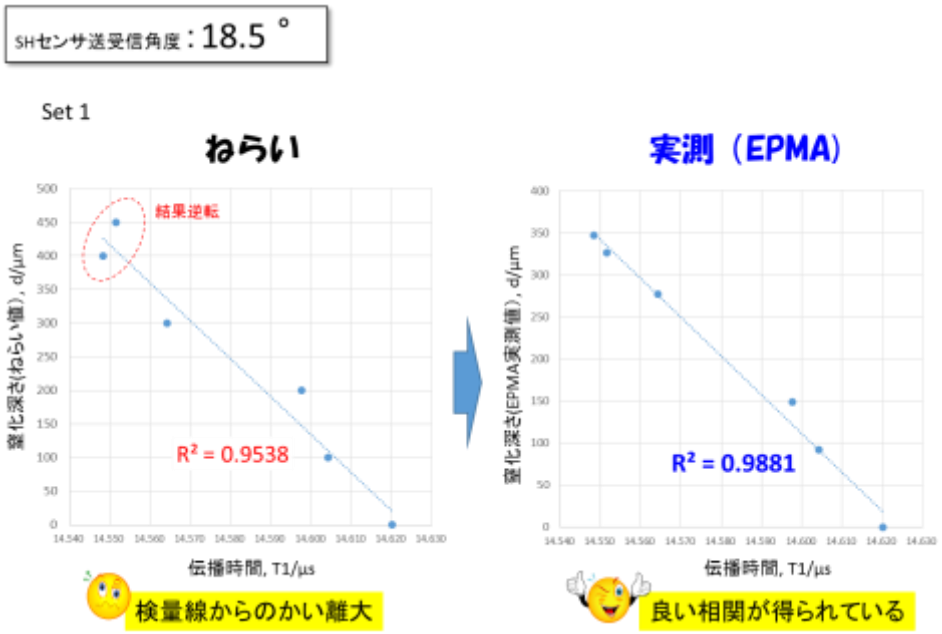


図 73　窒素拡散深さによる検量線補正（円筒内径）

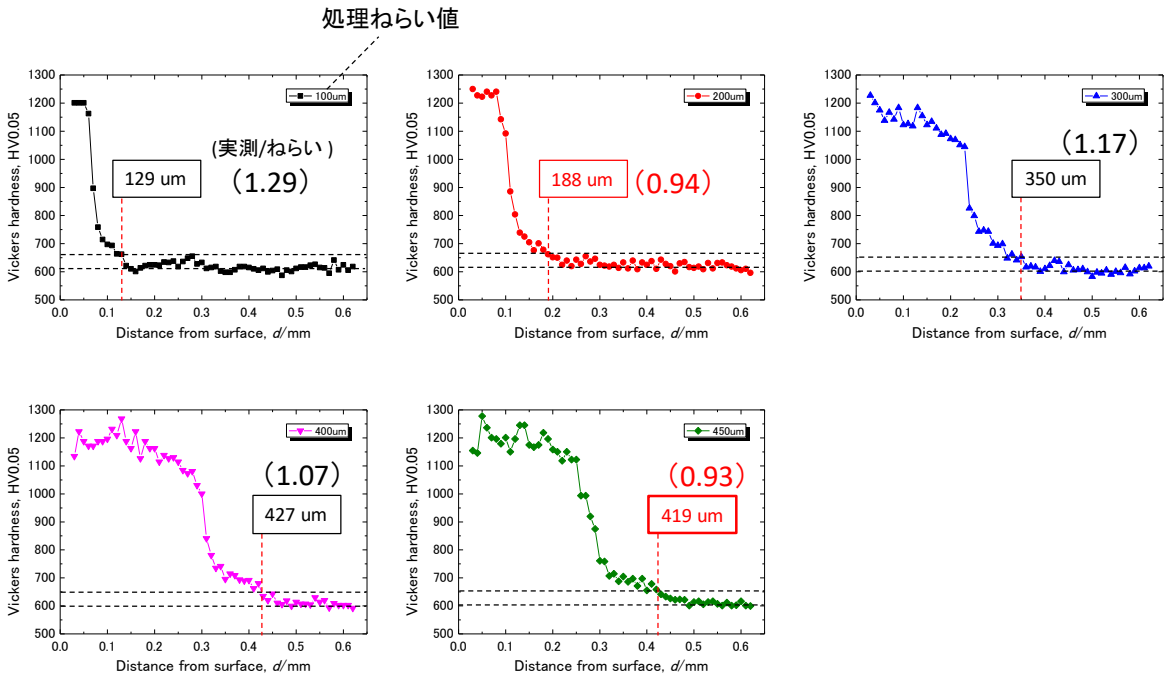


図 74　各窒化処理深さ（ねらい値）におけるビッカース硬さ分布（円筒内径）

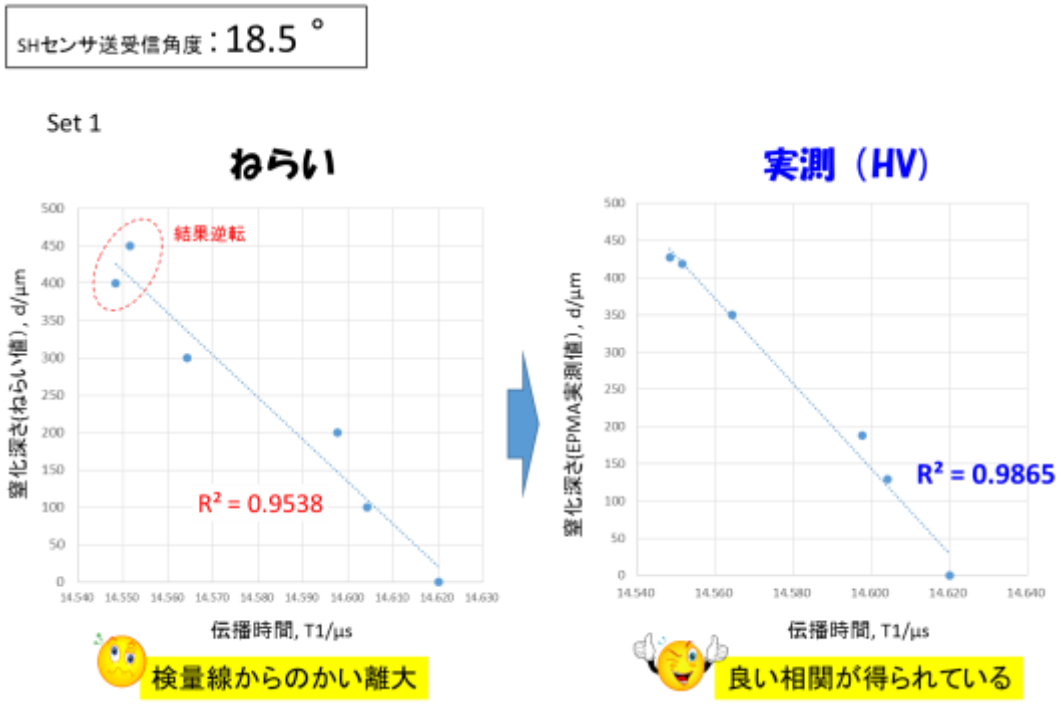


図 75　実測硬さによる検量線の補正（円筒内径）

以上の結果より，本超音波法を適用することで製品の窒化深さを簡便に非破壊計測し，その品質を全点保証することが可能となった。

第５章　MSE 法による深窒化層の微細強度分布の評価

５－１　MSE 法の概要

破壊検査手法として，従来の断面硬さ分布評価に加え，近年これまでにない評価方法として確立し，様々な分野で利用され始めてきた MSE 法による微細強度分布評価を行う（図 76）．この MSE 法は，数μm の大きさを有する粒子と水を混合したスラリーを圧縮空気で高速に投射し，材料表面を nm 単位で摩耗させていき，表面から深さ方向の摩耗深さを読み取ることで，材料の強度を評価する手法である．本方法を用いると，従来断面を作製しなければ，深さ方向の強度分布を知ることができなかった点が，断面を作製せずに評価が行えること，硬さ測定では，数十～百μm 単位での深さ方向の強度しか評価できなかったところを，数μm 単位での評価が可能になり，表面から脆弱化合物層，拡散浸透層の厚さやそれぞれの内部の強度分布も明らかにすることができるようになる．

この MSE 法の関しては，富山県立大学工学部機械システム工学科機械設計学研究室で研究開発し，MSE 試験による各種材料の深さ方向の強度評価ならびに，MSE 試験の高度化を行ってきている．また，材料の摩擦・摩耗評価も行ってきており，材料の耐摩耗に関する研究データも蓄積されており，それらを総合して評価できる体制である．これにより，様々な条件で開発された深窒化材の評価が，簡便・高速・精度よく評価可能になるため，材料の品質保証ならびに開発スピードの向上が可能になる．

本研究で作製する窒化層は数 100μm と深いため，深さ方向の評価について，より深くまで評価できる方法を検討し評価方法を確立した．従来から行われてきた断面からの硬さ評価手法と，本 MSE 試験評価を比較し，　断面作製レスの MSE 評価方法での品質評価方法を検討した．具体的には，北熱で硬さ試験を行い，同じ評価材料を MSE 評価することで，硬さの分布と MSE 評価結果を照らし合わせた．これにより，MSE 法で得られた結果との相違点を明らかにし，断面作製レスの MSE 評価方法での品質評価が行える方法であることを明らかにした．さらには，硬さでは評価できない材料の強さを評価できることを示した．

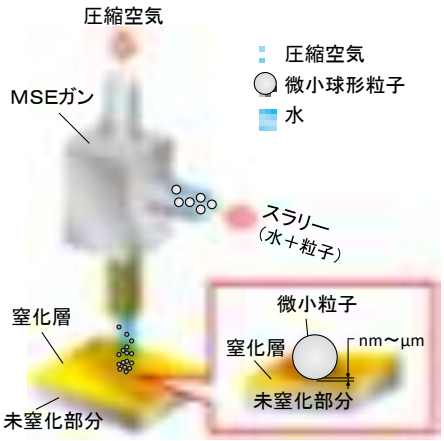


図 76　MSE 法の概略

5−2　実験方法

試験片は，13×13×6mm の熱間工具鋼である SKD61 に，深窒化処理を 4 種類の窒化条件で施したものを使用した．レーザ顕微鏡による試験片断面観察結果を図 77 に示す．また，表 4 に窒化深さ，レーザ顕微鏡より判定された化合物層・脆弱化合物層の深さ，マイクロビッカース硬さ試験により得た試験片表面のビッカース硬さ（荷重 300g，保持時間 15 秒）を示す．なお，プラズマ窒化 2 は試験片表面が粗く，ビッカース硬さ試験時に形成する圧痕形状が崩れ，試験の正確性が得られなかったため，硬さを表記していない．なお，プラズマ窒化 3 は脆弱化合物層が存在しない条件で処理されている．

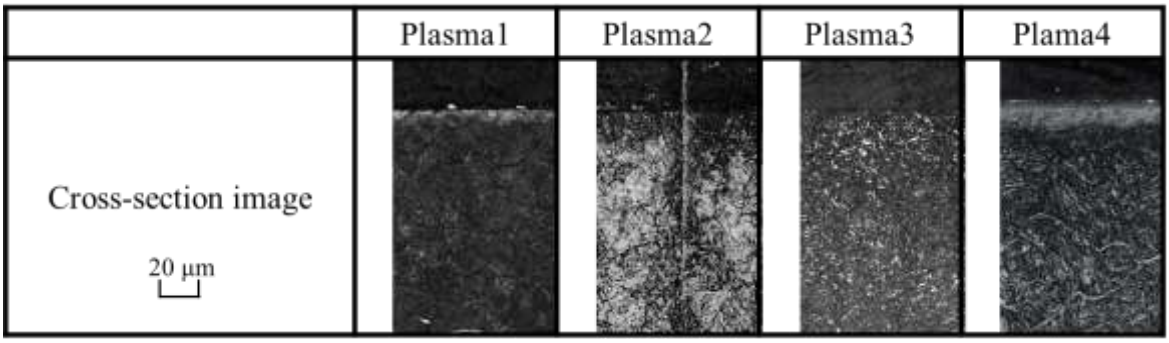


図 77　レーザ顕微鏡による試験片断面観察結果

表 4　各試験片の窒化深さ，脆弱化合物層・化合物層の深さ，試験片表面のビッカース硬さ

	Plasma1	Plasma2	Plasma3	Plasma4
Nitriding depth（μm）	410	390	290	400
Brittle compound layer（μm）	1.0-4.4	—	—	6.9-9.4
Compound layer（μm）	—	4.3-6.3	—	9.9-14.0
Vickers hardness HV	993	※	1036	1101

※Plasama2 試験片は，表面が粗く，硬さ試験に影響があるため，計測できず

試験には，本研究室専用に開発された大粒子対応 MSE 試験機を用いた．試験機の試験部の概略図を図 78 に示す．本試験機は，試験を行う本体部と本体部に一定の圧力を供給するためのエアコンプレッサで構成されている．本体部はスラリーを入れるスラリータンク，スラリー濃度を均一に保つための攪拌ステージ，スラリーをエアとともに投射するノズルユ

ニット，エアの圧力と流量を設定する圧力調整ユニット，スラリーをノズルユニットへ供給し流量を調整するスラリーポンプで構成されている．攪拌ステージ上に，純水と微粒子を混合させたスラリーで満たしたタンクをセットし，スラリーポンプによりノズルユニット内にスラリーを送る．ノズルユニットに送られたスラリーを圧縮空気により試験片に高速投射することでエロージョンを進行させる．投射ノズルの断面形状は 3×3 mm であり，試験片には投射ノズル断面積と同等の摩耗痕が形成される．投射距離は 10 mm，投射角度は 90°とした．投射粒子には，球形ジルコン粒子（平均粒径 10μm，最大粒径 30μm）を使用した．本研究では，エロージョン痕の断面形状からエロージョン深さを求めて評価した．測定には，本研究の初年度に導入したレーザ変位計型高精度形状測定器を用いた．測定結果

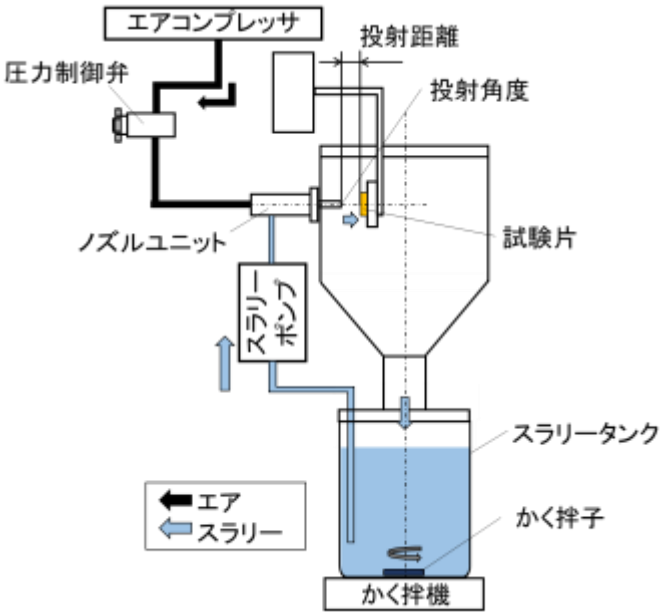


図 78　大粒子対応 MSE 試験機の概略図

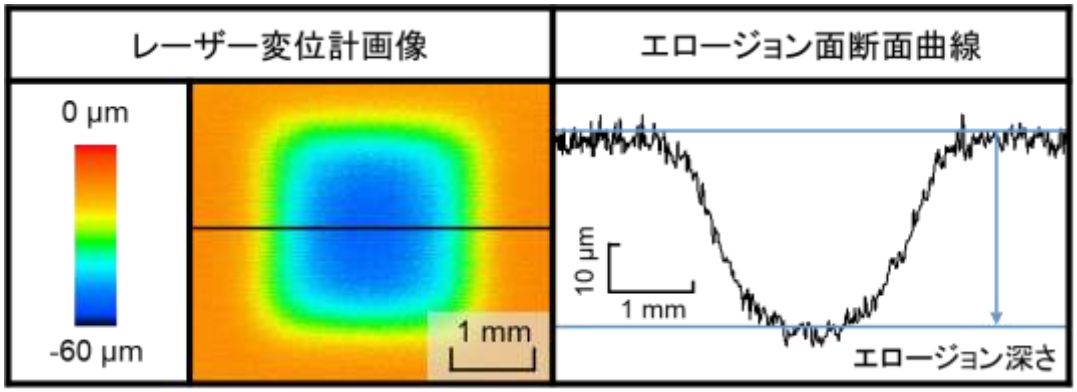


図 79　レーザ変位計型高精度形状測定器で計測した高さ情報画像と断面形状曲線

の一例を図 79 に示す．深さ測定は，エロージョン痕中心付近で断面形状をとり，局所的なエロージョンを除いた点を通る平均エロージョン深さを求めて評価した．

５－３　実験結果

５－３－１　窒化層全体を対象とした微粒子エロージョン試験

本試験では，エロージョン進行に伴う投射距離の増大が試験結果に影響するため，エロージョン深さの補正を行った．未窒化試験片で試験開始前を基準に測定したエロージョン率の比率を求め，エロージョン深さと比率の関係から近似式を求めたものを補正係数式とし，補正係数式にそれぞれのエロージョン深さを代入して補正係数とする．投射時間を補正係数で除した値を補正後の投射時間，エロージョン率に乗じた値を補正後のエロージョン率として評価する．

窒化層全体の強さ評価を行うため，窒化深さを上回るまで単位時間ごとのスラリー投射を繰り返した．エロージョン進行曲線を図 80 に示す．ここでは，比較として未窒化試験片の試験結果を用いる．各試験片ともに，投射時間の増加に伴いエロージョン深さが深くなった．また，窒化条件によってエロージョン深さの推移に違いが現れた．そこで，表面から深さ方向の強さ分布を明確にするため，図 80 の結果から単位時間ごとの深さの傾きをエロージョン率として算出し，表面からの深さとエロージョン率との関係を図 81 に示す．各窒化試験片のエロージョン率は，未窒化試験片と比較して低くなった．また，各窒化試験片の強さの比較をすると，表面からの深さ 0～100μm の範囲ではプラズマ窒化 1，プラズマ窒化 4 が，100～400μm の範囲ではプラズマ窒化 1 の強さが高くなった．また，50～400μm の範囲でプラズマ窒化 2 とプラズマ窒化 4 が類似した推移になった．プラズマ窒化 3 は窒化層全体で強さが低くなった．

各窒化試験片の窒化層内部の強さに違いが現れた要因として，窒化層内部の窒素濃度の影響が挙げられる．窒素濃度が高いほど窒化層の硬さが硬くなるため，エロージョンの進行が抑えられる．このことから，プラズマ窒化 3 のエロージョン進行が最も早かったのは，窒化層内部の窒素濃度が低かったためと考えられる．

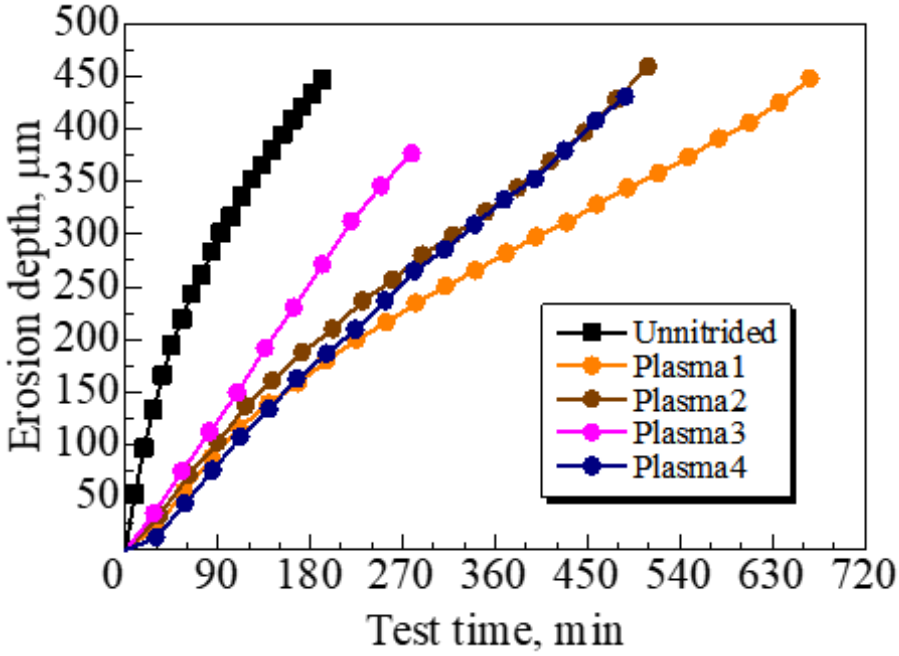


図 80　エロージョン進行曲線

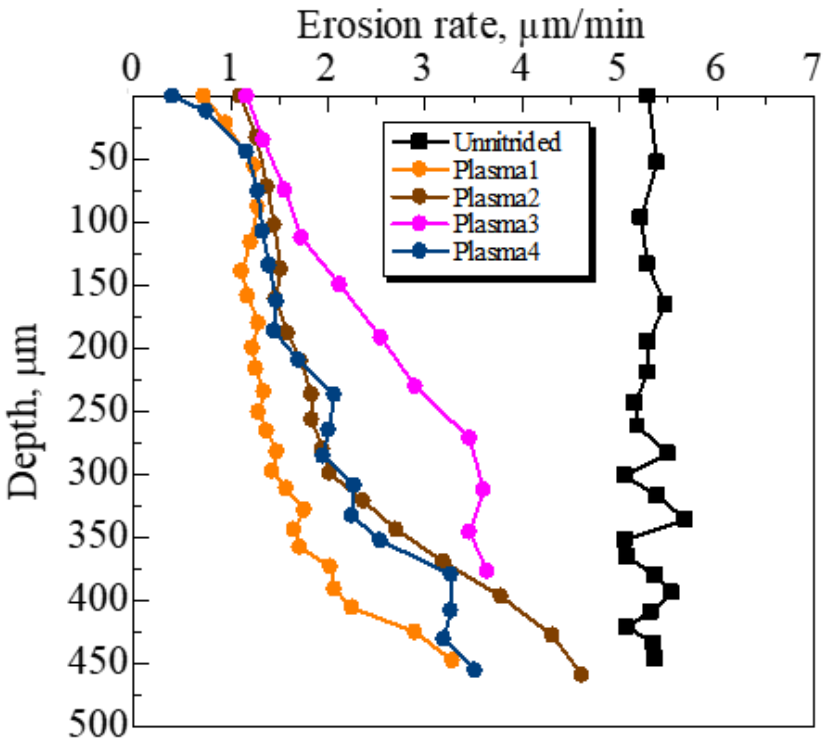


図 81　表面からの深さとエロージョン率の関係

５－３－２　脆弱化合物層付近を対象とした微粒子エロージョン試験

スラリー投射時間を 15 分とすることで，化合物層付近の深さを対象とした微粒子エロージョン試験を行った．エロージョン進行曲線にスラリー投射 15 分後の試験の結果を加えた結果を図 82 に示す．ここで，エロージョン深さは局所的に大きくエロージョンしている箇所を除いた深さとしている．エロージョン進行速度の優劣に変化はみられないが，プラズマ窒化 3 を除いた 3 つの試験片でグラフの傾きがスラリー投射 30 分毎の結果に比べ低角度になった．また，プラズマ窒化 3 ではスラリー投射 30 分毎の結果と類似した推移となった．

試験片表面の硬さは，プラズマ窒化 3 の硬さがプラズマ窒化 1 をより高いが，プラズマ窒化 3 の方が早くエロージョンが進行した．脆弱化合物層が存在するプラズマ窒化 1，プラズマ窒化 4 がエロージョンに対する強さが強く，脆弱化合物層が存在しないプラズマ窒化 3 がエロージョンに対する強さが弱いことから，脆弱化合物層が存在することで耐エロージョン性が向上すると考えられる．

次に，試験後のエロージョン痕を SEM によって観察した．その結果を図 83 に示す．エロージョン強さが弱いプラズマ窒化 2，プラズマ窒化 3 は滑らかなエロージョン面が形成されていた．一方，エロージョン強さが強いプラズマ窒化 1 は凹凸が大きいエロージョン面が形成されていた．また，最もエロージョン強さが強いプラズマ窒化 4 は，エロージョンが深く進行している部分が少なかった．プラズマ窒化 1 およびプラズマ窒化 4 は，脆弱

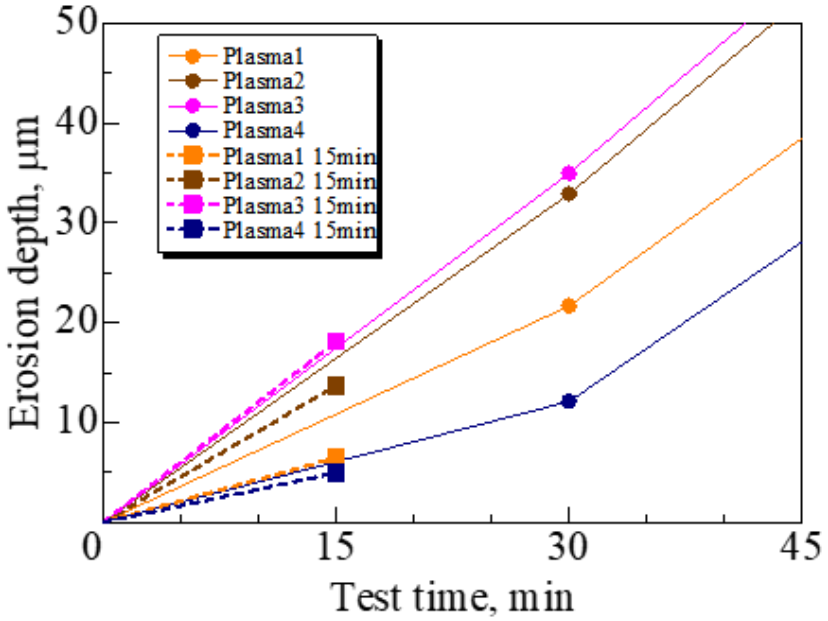


図 82　試験時間 15 分のエロージョン深さ

化合物層によってエロージョンの進行が抑制された部分が存在したため，凹凸の大きいエロージョン面が形成されたと考えられる．しかし，エロージョンが一様に進行しておらず，表面の強さにばらつきが存在すると考えられる．この表面をどのように使用するかによって，脆弱加工物層の除去等を検討する必要性がある．

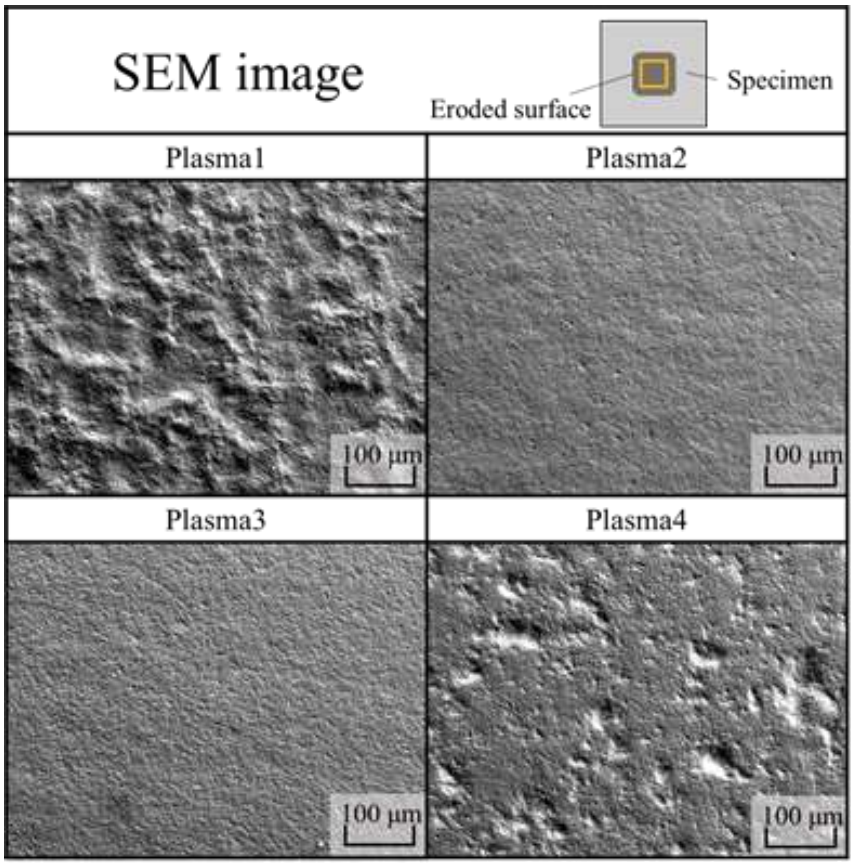


図 83　試験時間 15 分後のエロージョン痕の SEM 観察結果

以上の結果より，以下の結果が明らかになった．

1）同一の窒化方法であっても窒化条件によって窒化層の強さ分布やエロージョン面の形成に影響を与えることが明らかになった．

2）硬さの低下に伴いエロージョン率が上昇する傾向がみられた．

3）脆弱化合物層の耐エロージョン性が高いことが示唆された．

4）最表面には，強さの異なる部分が分布していることが示唆された．

第６章　精密内面研削によるプラズマ深窒化表面の高精度仕上げ

６－１　平面研削盤による基本条件

三晶 MEC㈱が所有する一般的な平面研削盤を用い，窒化処理品に適した砥石の選定および研削条件の最適化を行う．今年度は，研削面のビッカース硬さを測定し，材料を変質や加工硬化の可能性を検証し，最終的な研削条件を決定する．

【砥石の選定】

①砥粒をダイヤモンド砥粒に絞り，ボンドに重点を置き選定した．研削用砥石の基本的な特性を表 5 に示す．砥石を選定する上で必要な要素は砥粒，ボンド，粒度，結合度，集中度がある．これらの要素は 加工精度に影響を与える．中でも砥粒，ボンド，粒度の要素は研削加工面に深く影響する．

① 砥粒・・・研削を行う上での切れ刃の役割を担っている．

② ボンド・・砥粒を接着している．

③ 粒度・・・砥粒の大きさ．番手が大きいほど砥粒は小さい．

昨年度の研削試験ではボンド材に着目し，レジン，メタルおよびレジメタの 3 種類で研削を行い，レジンの場合に最も平滑な面粗さが得られた．レジン特有の高い自生作用が平滑性に影響したものと結論付けた．今年度は，レジンと同様に自生作用の高いビトリファイドについても検討する．また，一般的に砥石の粒度を細かくした場合に平滑な面が得られることから，#200 と#500 に加え，#800 を検討した（表 6）．

表５　砥石の基本特性

ボンド	材質	硬さ	弾性	熱伝導率	自生作用
ビトリファイド	ガラス質	高	中	低	高
レジン	樹脂	低	高	低	高
メタル	金属	高	低	高	低
レジメタ	樹脂＆金属	中	―	―	―

粒度	大　⇔　細
面粗さ	粗い　⇔　平滑

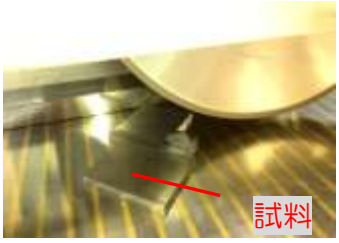
➡ 粒度：#200 と#500 に加え，#800 を検討

表６　研削砥石

型式	寸法	個数	備考
KCD200NBLX2	180D×10T×31.75H×10U×3X	1	ダイヤモンド砥粒（レジン）
KCD500NBLX2	180D×10T×31.75H×10U×3X	1	
KCD800NBLX2	180D×10T×31.75H×10U×3X	1	
KCD200NBBM3	180D×10T×31.75H×10U×3X	1	ダイヤモンド砥粒（レジメタ）
KCD500NBBM3	180D×10T×31.75H×10U×3X	1	
MSD200N50	180D×10T×31.75H×10U×3X	1	ダイヤモンド砥粒（メタル）
MSD500N50	180D×10T×31.75H×10U×3X	1	
KVD200L	180D×10T×31.75H×10U×3X	1	ダイヤモンド砥粒（ビトリ）
KVD500L	180D×10T×31.75H×10U×3X	1	

【実験方法】

平面研削盤（図 84）を使用し，試験片（10×10×6t）を固定する．研削条件を表７に示す．昨年度と同様の研削盤，砥石周速度，送り速度，切込み量，およびスパークアウト条件で，深窒化試験片（窒化深さ 400μm，SKD61:HRC52±1）の研削を行った．研削後の試験片表面について，表面観察および表面粗度の測定を行った．



ニッコー NFG-515ADR		
能力・容量	テーブル幅	140mm
	テーブル長さ	600mm
主軸	最大回転速度	3600rpm
移動量	X軸移動量	520mm
	Y軸移動量	180mm
	Z軸移動量	400mm

図 84　平面研削盤【NFG-515ADR（ニッコー製）】

表７　平面研削条件

研削盤	平面研削盤，ニッコーNFG-515ADR
砥石（ボンド）	ダイヤモンド（ビトリファイド・レジン・メタル・レジメタ） #200，#500，#800
砥石周速度	700，900，1200（m/min）
送り速度	10.8m/min 一定
切込み量	1，5（μm）
スパークアウト	２回一定

【実験結果】

【表面粗さ】

研削表面の表面粗さを弊社が所有する接触式表面粗さ計を用いて測定した．研削後の評価結果を表 8 に示す．砥石のボンド材としてレジンおよびレジメタを選択すると，粒度や周速度，切込み量に関係なく，表面粗さ基準範囲内（Ra0.2 以下）の平滑な面が得られた．一方，新たに検討したビトリファイドボンドでは，その高い自生作用により低い抵抗で加工できたが，表面粗度が基準を満たさなかった．平滑な面が得られないビトリファイドとメタルの共通点は硬さが高いことであり，深窒化層に対しては硬さが低いボンド材が適しているものと考えられる．

表８　研削後の表面粗さ評価

砥石周速度 (m/min)	切込み量 (μm)	ビトリ		レジン			レジメタ		メタル	
		#200	#500	#200	#500	#800	#200	#500	#200	#500
700	1	×	○	◎	○	○	◎	○	△	○
	5	×	×	◎	○	○	○	◎	○	○
900	1	△	×	◎	○	◎	○	◎	△	△
	5	×	×	○	○	○	◎	◎	△	△
1200	1	×	×	◎	○	○	◎	◎	○	○
	5	△	×	◎	◎	○	◎	○	○	○

◎：Ra=0.05 未満　○：Ra=0.05 以上 0.1 未満

△：Ra=0.1 以上 0.2 未満　×：Ra=0.2 以上

【浸透探傷試験】

染色浸透探傷試験を用いて研削表面の観察を行い，研削時のクラック発生状況を確認した（図 85）．各研削条件におけるクラック有無を表 9 に示す．ビトリ#500 とメタル#500 でクラックが発生した．一方，レジンとレジメタでは砥石周速度や切込み量に関係なく，クラックは発生しなかった．

クラック無

クラック有

図 85　染色浸透探傷試験

表 9　クラックの有無

砥石周速度 (m/min)	切込み量 (μm)	ビトリ		レジン			レジメタ		メタル	
		#200	#500	#200	#500	#800	#200	#500	#200	#500
700	1	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	5	○	○	○	○	○	○	○	○	○
900	1	○	○	○	○	○	○	○	○	×
	5	○	○	○	○	○	○	○	○	×
1200	1	○	×	○	○	○	○	○	○	○
	5	○	×	○	○	○	○	○	○	×

【結論】

深窒化処理品の研削において下記の研削条件が適していると結論付ける．
○砥石　　砥粒：ダイヤモンド，ボンド：レジンボンド，粒度：#200
○研削条件　砥石周速度 1200m/min，切込み量 5μm，送り速度 10.8m/min

６－２　円筒内面の高精度仕上げ

実際の航空機ジェットエンジン部品を想定した円筒試験片の内面研削を行った．使用する砥石，研削盤の研削条件は，平面研削盤による基本条件で得られたデータを元に選定した．

【砥石の選定，研削条件】

円筒内面研削で使用する砥石を表 10 および図 86，研削条件を表 11 および表 12 に示す．加工条件の切込み量は仕上げ切込み量の事であり，残り研削量５μm からの切込み量である．残り５μm までは共通して切込み量５μm で研削する．

表 10　砥石形状

砥石の種類		
型式	寸法	備考
KCD230NBLX2	Φ65×φ45×25×4	レジノイドボンド
KCD230NBBM3	Φ65×φ45×25×4	レジメタボンド
WA220H7V35R	Φ125×φ25.4×25	ツルーイング（WA砥石）

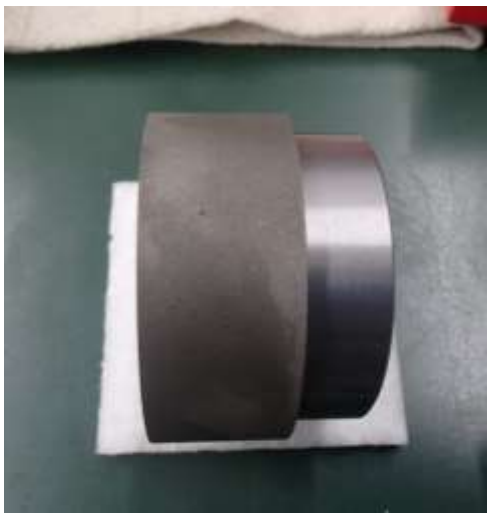


図 86　砥石形状

表 11　固定条件

加工条件	
クーラント液	シンタイロ9954
スパークアウト	5回
研削方式	トラバース研削

表 12　研削条件

加工条件	A	B,α	C,ω	D,β	E,σ
回転数	5000	5000	5000	5000	6000
ワーク回転数	60				
送り速度	300	300	420	540	420
切込み量	1	5			

砥石のツルーイングには，WA 砥石を使用し，レジノイドボンド，レジメタボンド両方の砥石に対して 10 分間ツルーイングを行った．ツルーイング後の砥石表面を図 87 に示す．比較すると，ボンドが柔らかいレジノイドボンドの方が，砥粒が出ていることが分かる．この砥粒の突き出し量の違いが研削にどのような影響を与えるかも重要な観点となる．

レジノイドボンド

レジメタボンド

図 87　砥石表面（ツルーイング後，160 倍）

【実験方法】

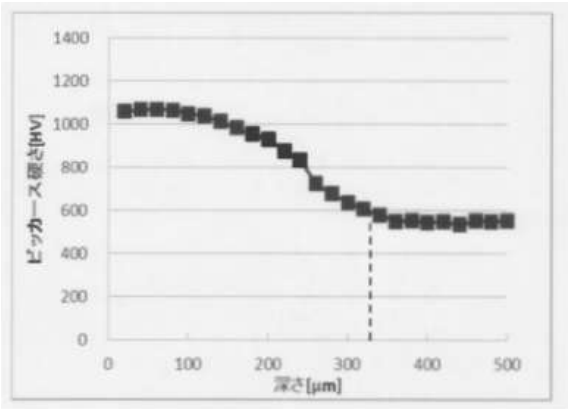
研削を行う試験片は円筒薄肉であり，一般的な円筒内面研削盤である横型内面研削盤を使用した場合，研削盤にセットすると，クランプによる変形，たわみによる軸の偏心が起きる可能性がある．そこで，試験片セット時に形状変更，軸の偏心を防止する為，立型内面研削盤を用いた．立型研削盤では試験片を横ではなく縦にセットすることが出来，先述した試験片の変形，偏心を抑制することできる．使用した立型内面研削盤を図 88 に示す．

Vertical Mate55（太陽工機）	
研削可能穴径mm	Φ30～φ400
研削長さmm	225
主軸の振りmm	φ550
砥石軸回転速度min-1	15000
主軸回転速度min-1	350

図 88　立型内面研削盤

【円筒試験片】

図 89 に研削する試験片を示す．図を見ると窒化深さは約 300μm あることがわかる．本研究における研削取り代は 50μm であることから表面の硬度はほとんど変化しないと考えられる．また，表面には黒皮が発生しており，表面に 2～3μm の脆弱化合物層が確認される．



試験片	
材料	SKD61
熱処理	深窒化HV1100
形状	Φ100×φ80×50

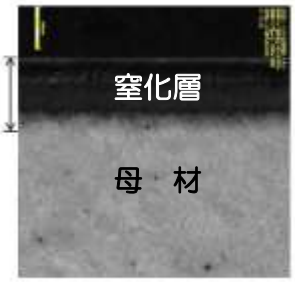


図 89　試験片と試験片の硬度分布

【実験結果】

砥石のツルーイングはレジノイドボンド，レジメタボンド両方で 10 分間行った．研削はトラバース研削にて行った．いずれの条件でも，脆弱化合物層を除去し研削すること出来，光沢のある面を作り出せた（図 90）．

図 90　研削後の円筒試験片

【研削負荷】

レジノイドボンド砥石による研削時の研削負荷をロードメータによって示した．図 91 で見るように，切込み量が大きくなると研削負荷が大きくなることが分かる．切込み量 1μm ではスパークアウトとほぼ同程度の研削負荷しかなかった．図 92 より，送り速度による比較を行った．送り速度が速くなるにつれ，研削負荷が大きくなっている．また，送り速度を速くすると，加工時間を短縮できる．送り速度が速くなることで研削負荷が大きくなる理由として，砥石が 1 周する間の研削面積が増加するためだと考えられる．図 93 より，砥石回転速度による比較を行った．回転速度が速くなることで研削負荷は大きくなると考えていたが，回転速度の変化による研削負荷の影響はなかった．

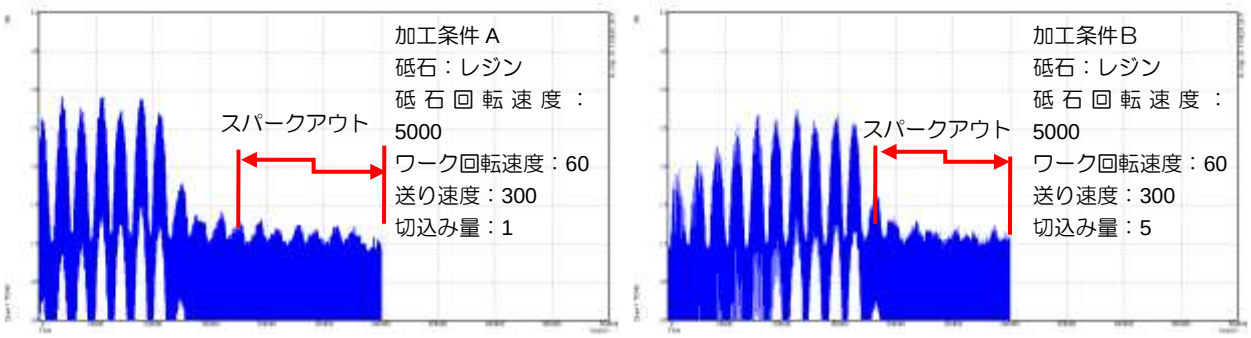


図 91　切込み量による研削負荷の比較

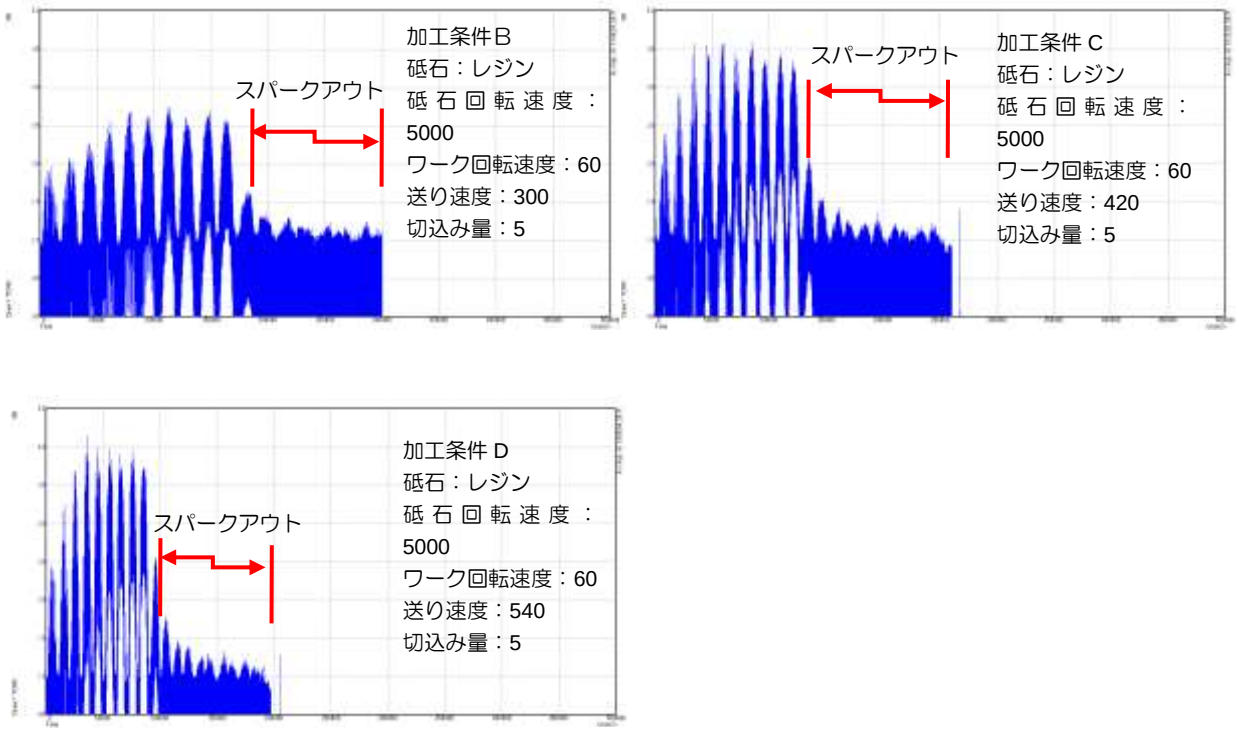


図 92　送り速度による研削負荷の比較

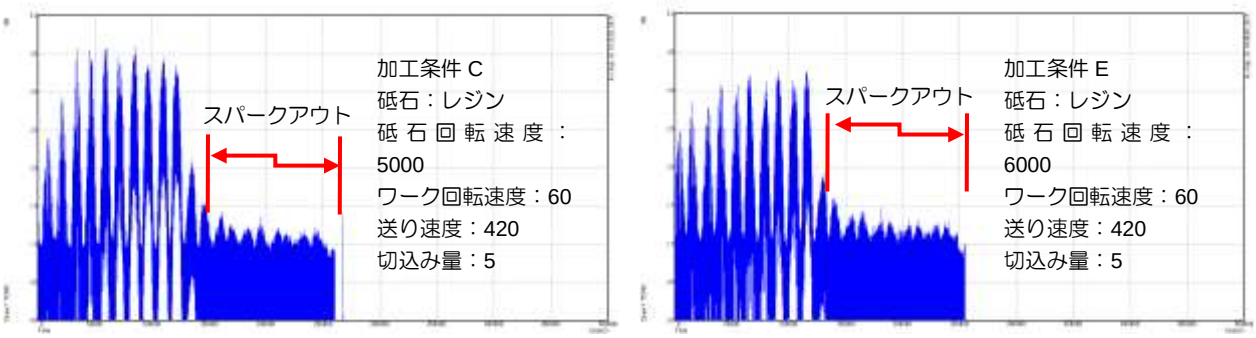


図 93　砥石回転速度による研削負荷の比較

次に，レジメタボンドの砥石で研削を行った時のロードメータによる研削負荷を図 94 に示す．レジノイドボンドと同様に送り速度を速くすると研削負荷が大きくなっている．また，砥石回転速度による影響はなかった．

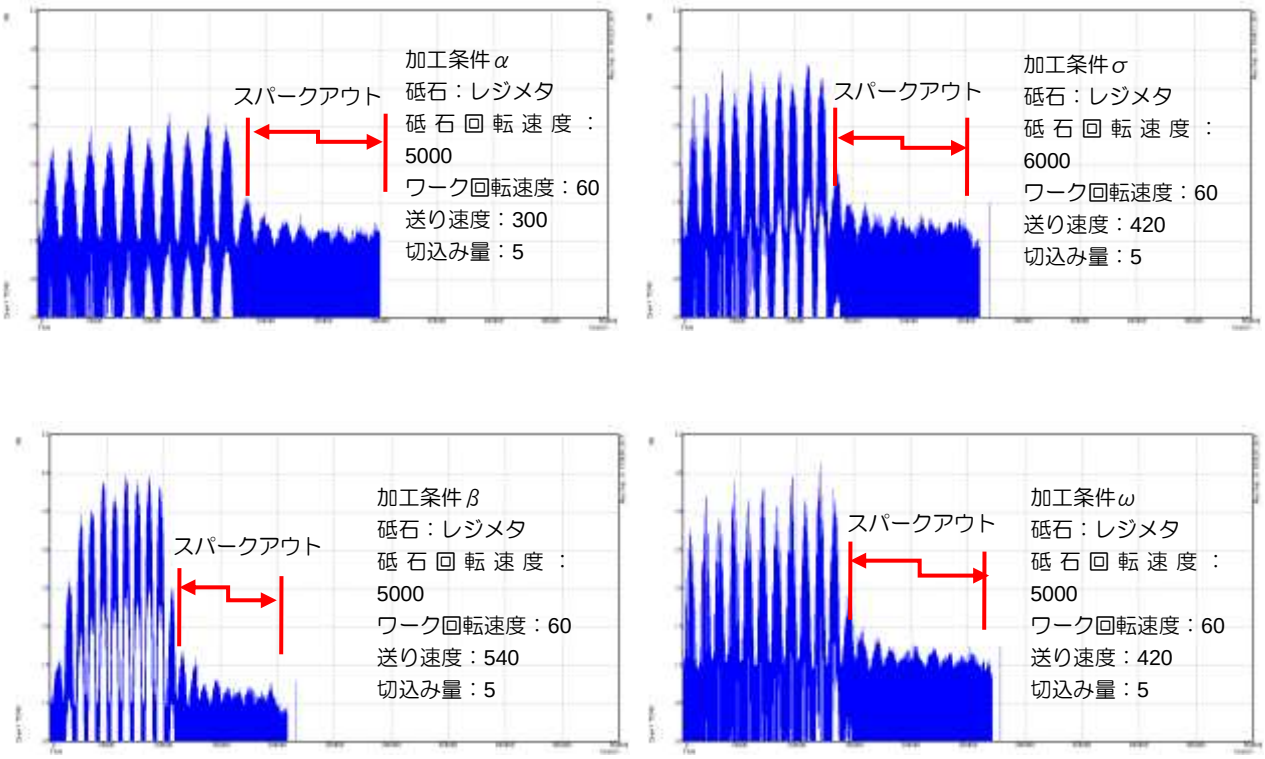


図 94　レジメタボンドによる研削負荷の比較

次に，レジノイドボンド，レジメタボンドを同研削条件で比較した．図 95 にボンドによる研削負荷の比較を示す．図より，レジノイドボンドとレジメタボンドで研削した時のロードメータの波形による違いはほとんどなかった．本実験において，ボンドによる研削負荷の違いはない．このことからどちらのボンドも目こぼれや目詰まりを起こさずに同等に研削できていることが分かる．

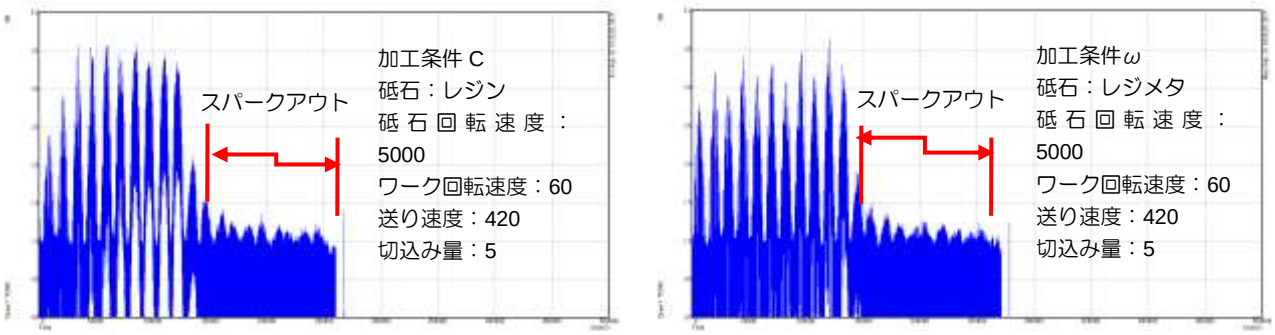


図 95　ボンドによる研削負荷の比較

【寸法測定】

研削した試験片を①加工時間，②内径，③表面粗さ，④振れ，⑤真円度を測定し，評価を行う．それぞれの測定は表 13 の機器を使用した．測定結果をレジノイドボンド，レジメタボンド，それぞれ表 14 および表 15 に示す．本実験で設定した研削条件では，いずれも目標値である Ra=0.2 をクリアすることができた．また，内径も目標値であるφ80.05 に対して±0.02 以内の精度で加工することができた．

表 13　測定項目と測定機器

検査項目	使用した機器
加工時間min	ストップウォッチ
内径　φmm	三点式内径測定器
表面粗さRa	表面粗さ検査機
振れ	シリンダーゲージ
真円度	真円度測定器

表 14　測定結果（レジノイドボンド）

検査項目	目標値	A	B	C	D	E
加工時間min	-	22.6	13.0	9.5	7.6	9.5
内径　φmm	80.050	80.048	80.048	80.045	80.0445	80.0445
表面粗さRa	0.20	0.136	0.148	0.166	0.179	0.152
振れ	0	1	1	1	1	1
真円度	-	2.717	3.127	2.720	3.412	2.947

表 15　測定結果（レジメタボンド）

検査項目	目標値	α	β	σ	ω
加工時間min	-	13.0	7.6	9.5	9.5
内径　φmm	80.050	80.051	80.048	80.048	80.048
表面粗さRa	0.2	0.191	0.182	0.167	0.173
振れ	0	1	1	1	1
真円度	-	3.3	3.58	4.16	5.41

次に上記の測定結果を項目別に比較を行った．図 96 に表面粗さと切込み量の関係を示す．図より，切込み量を小さくすると表面粗さが小さくなる傾向にあることが分かる．しかし，切込み量を小さくすると一回で研削できる量が少なくなり，加工時間が長くなる．本実験においても，切込み量を小さくすることで表面粗さは 1 割小さくなったが，加工時間が 7 割増加した．

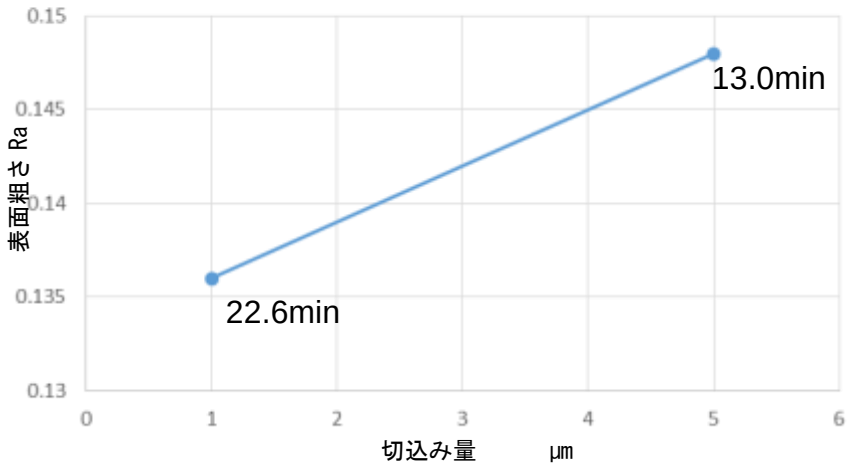


図 96　表面粗さと切込み量

図 97 に表面粗さと送り速度の関係を示す．図より，送り速度を速くするにつれ表面粗さが悪くなる傾向にあることが分かる．本実験では，送り速度を 3 種類用意して研削を行ったが，最も条件が悪い（送り速度が速い）設定でも目標値である Ra=0.2 をクリアすることができた．また，加工時間を 10 分以内にすることができた．

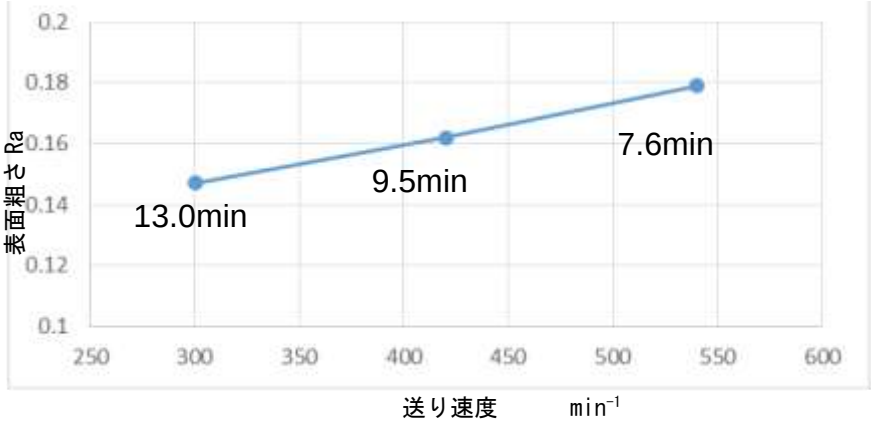


図 97　表面粗さと送り速度

図 98 に表面粗さと砥石回転速度の関係を示す．図より，砥石回転速度を速くすると表面粗さが良くなる傾向にあることが分かる．また，砥石回転速度を変化させているので先述した切込み量，送り速度と違い，加工時間への影響はない．しかし，砥石回転速度を速くすると砥石の寿命や研削熱の上昇による試験片の変質などが考えられる．本実験では砥石回転速度による研削負荷の変化はほとんどなかったが，それらも考慮しながら砥石回転速度の選定を行う必要があると考える．

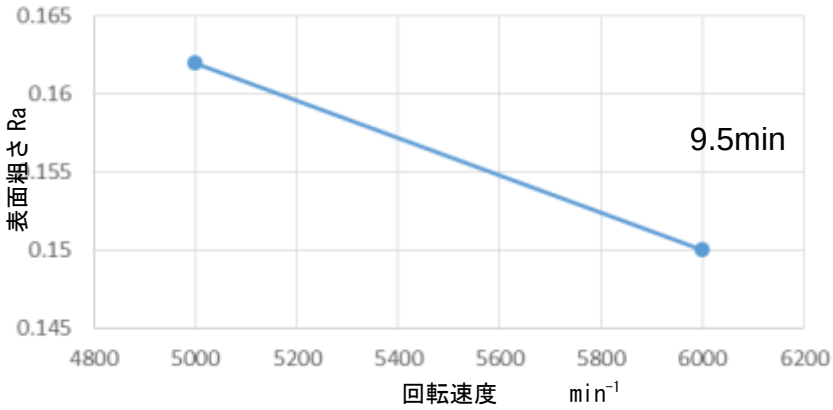


図 98　表面粗さと回転速度

図 99 に真円度による比較を示す．図より，レジノイドボンドに比べてレジメタボンドは真円度が悪い傾向にあることが分かる．

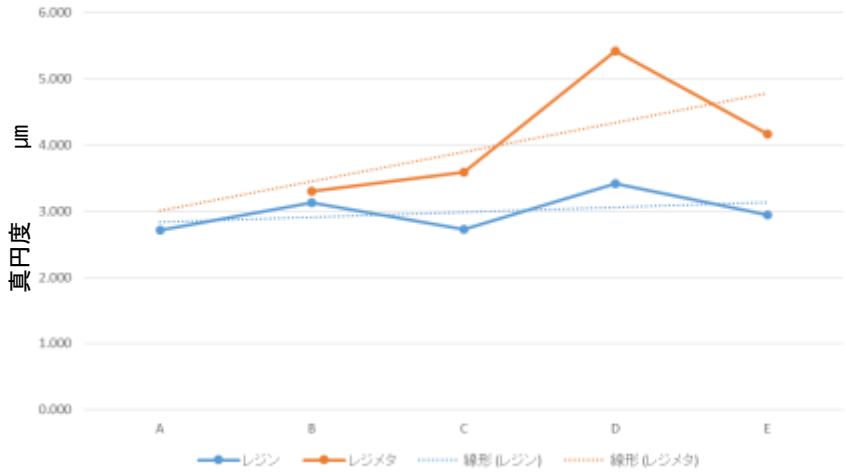


図 99　真円度による比較

【表面観察】

図 100 に示すデジタルマイクロスコープを使用して，研削した円筒試験片の内面の観察を行った．図 101 は測定部である．図 102 にボンドによる比較を示す．どちらも光沢があり，良好な研削面が得られた．しかし，比較してみるとレジメタボンドはレジノイドボンに比べ面が粗いことが分かる．

図 100　デジタルマイクロスコープ

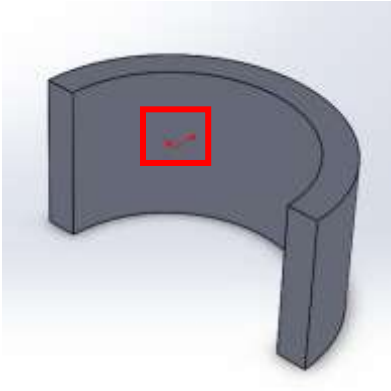
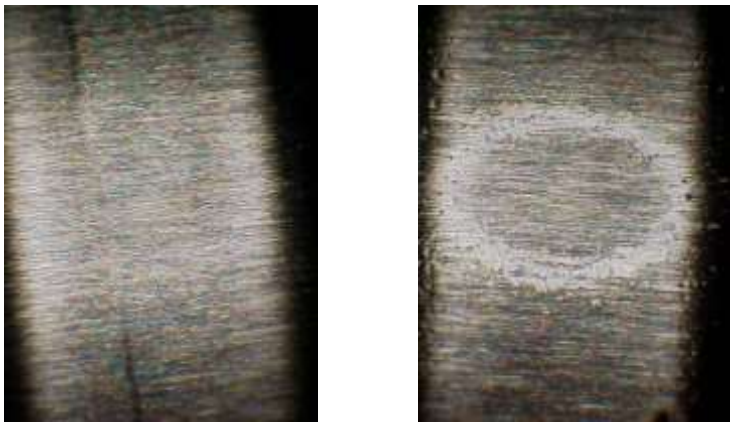


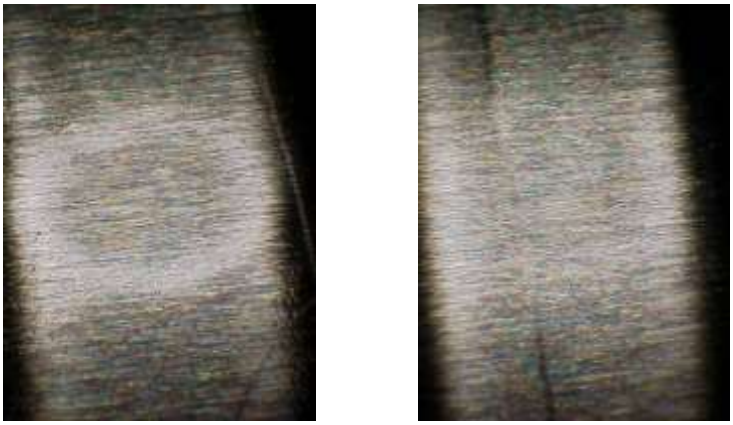
図 101　測定部



レジノイドボンド　　レジメタボンド

図 102　ボンド別表面観察

図 103 に切込み量による比較を示す．図より，観察による研削表面の違いはなかった．その要因として，研削の最後にスパークアウトを５回行っているため，切込み量が異なっていても観察上における仕上がり面は大きく変わらなかったと考えられる．



切込み量１μm　　切込み量５μm

図 103　　切込み量別表面観察

図 104 に送り速度による比較を示す．図より，送り速度が速くなるほど，研削の粗が大きいことが分かった．

表面観察の結果，どの条件でも光沢のある良好な研削面を得ることができた．また，研削熱等による焼けや割れなども発生しなかった．本実験では，レジノイドボンドの砥石で，送り速度を小さくして研削を行うことで最も良好な研削表面が得られることが分かった．

送り速度 300 min^{-1}　　送り速度 540 min^{-1}

図 104　送り速度別表面観察

第７章　深窒化層表面のマシニングセンタ研削とレーザコンディショニング

７－１　レーザコンディショニング

【研削ホイールの選定】

通常，焼入れ鋼(>700HV)やダイス鋼などの硬質鉄鋼材料の研削には，鉄系材料に対して耐摩耗性にすぐれ大きな研削比が得られるCBNホイールを使用する．しかしながら，本研究は窒化処理によって形成された硬化層(深さ数百μm)を残しながら極表面を研削するものであり，取り代は高々数十～100μm程度である．また，研削熱の影響を極力排除しなければならないため，研削条件は比較的軽く設定しなければならないと考えられる．そこで，CBNに加え，ダイヤモンドホイールも検討する．ダイヤモンド砥粒は熱伝導率が大きく摩擦係数が小さいため，「反り」が問題視される薄鋼板の研削に使用される実績がある．他の理由として，レーザコンディショニングにおいて，ダイヤモンド砥粒はレーザ照射による熱的損傷(炭化など)は少ないことが確認されているが，CBN砥粒(通常，ダイヤモンドに比べ不純物が含有している)では未確認であり，実験によって検討する必要がある．尤も，レーザによる損傷が大きければ，その特性を利用してツルーイング(形直し)や突き出し高さを揃えるトランケーションに応用できる．

表 16 に準備したホイール仕様を示す．粒度は加工能率もよく且つ鏡面加工も可能な#140(平均砥粒径・100μm)に統一し，結合剤をレジノイド，メタル，ビトリファイドの3 種類とした．なお，表 16 に示す仕様では結合剤のみ異なっているが，通常，砥粒の形態も結合剤に応じて異なっており，レジンボンドにはフライアブルな砥粒，メタルボンドにはブロッキーな砥粒が使用される．

表 16　研削ホイール

研削ホイール・研削ストーン			
スペック	寸法	個数	備　考
CBC140N75BW4	$200^{D} \times 20^{T} \times 31.75^{H} \times 10^{U} \times 5^{XU}$	1	CBN砥石 (レジン, メタル, ビト)
CB140N75MW6	$200^{D} \times 20^{T} \times 31.75^{H} \times 10^{U} \times 3^{XU}$	1	
CB140M100VN1KP(10)	$200^{D} \times 20^{T} \times 31.75^{H} \times 10^{U} \times 3^{XU}$	2	
SDC140N75BW4	$200^{D} \times 20^{T} \times 31.75^{H} \times 10^{U} \times 5^{XU}$	1	ダイヤモンド砥石 (レジン, メタル, ビト)
SD140N75MW6	$200^{D} \times 20^{T} \times 31.75^{H} \times 10^{U} \times 5^{XU}$	2	
SD140M100VD1(10)	$200^{D} \times 20^{T} \times 31.75^{H} \times 10^{U} \times 3^{XU}$	1	
SD100Q100MW7	$30 \times 30 \times 15 \times 3^{X}$	3	ツルア

【砥石作業面のコンディショニング】

研削ホイールの使用に際しては，砥石作業面を加工に適した状態に創成しなければならない．この作業をコンディショニングといい，通常下記の４つに分類される．

1) ツルーイング／トランケーション：砥粒先端を揃えて形状を整える．平面研削では振れ回りを除去して形状を真円に修正する．
2) シェービング：砥粒先端の微小破壊により切れ刃を鋭利にする．
3) ドレッシング：結合剤を除去して砥粒を突き出させ，切れ味を確保する．
4) クリーニング：目づまりを除去し，切れ味を回復させる．

主として 3)のドレッシングにより砥石作業面を調整し，窒化処理したダイス鋼の研削行う．ドレッシング方法には種々の手法があるが，ここでは最も一般的なロータリドレッサによる方法とレーザ照射によるドレッシング・コンディショニングを行う．両者を比較することで，レーザドレッシングの有効性を評価できる．

【ロータリドレシング】

図 105 にロータリドレッシング装置と示す．図に示すようにカップ型WA砥石を回転させながら切り込みと送りf_dを与え，結合剤を除去する方法である．ドレッサには結合度が小さいWA砥石を用いることで砥粒に機械的損傷を与えることなく結合剤のみを除去できる．しかしながら，粒度#140(平均砥粒径・100μm)の砥石の適切な砥粒突出し量は 20～25μm程度であるが，これだけの結合剤を除去するためにはおよそ 200 パスのドレッシングが必要で多大な時間を要する．また，削られた粉状のドレッサ粒子が研削液を汚濁させる欠点を有している．

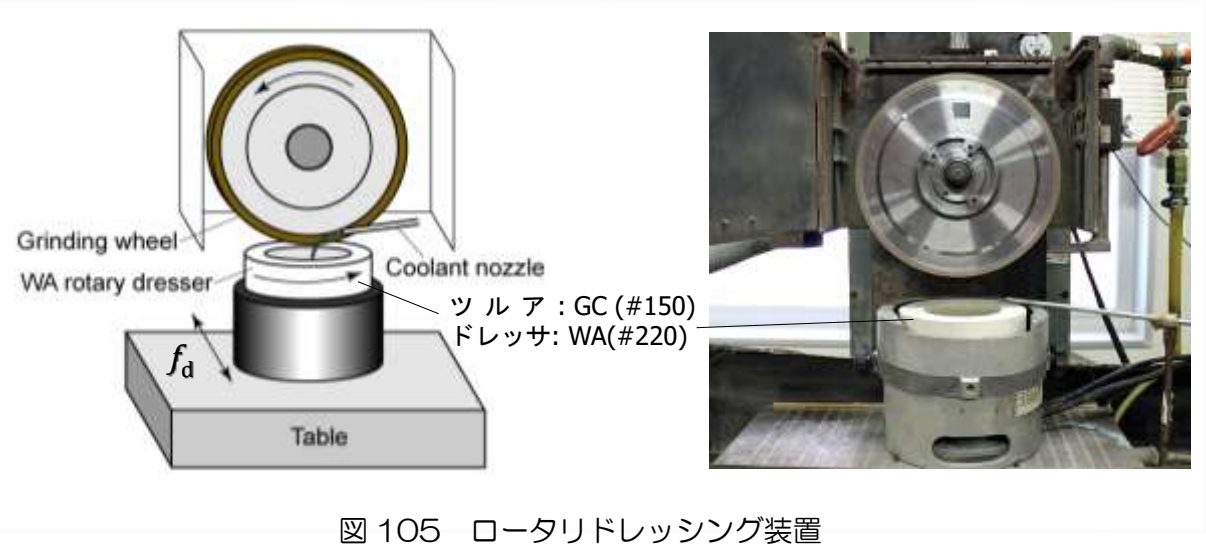


図 105　ロータリドレッシング装置

【レーザコンディショニング（レーザドレッシング）】

図 106 にレーザコンディショニング装置およびその概観を示す．本年度の研究では平面研削盤(三井ハイテック製MSG-250Hz)にサーマルドレッシング装置を取り付けている．レーザにはパルス発振型のNd: YAGレーザを使用し，研削盤砥石ヘッドにレーザ・エアー体型照射ヘッドを取り付け，レーザと圧縮空気を同時に高精度で照射する．レーザ・エアー体型照射ヘッドは研削盤上に取り付けたXY自動移動ステージに固定し，砥石前面から砥石に接続したステッピングモータ(AR66AA-T3 6-3)により 0.1 rpm単位の高い精度で砥石を回転させる．砥石の回転数，レーザの周波数・パルス幅を調整することによってまず砥石 1 周を隙間なくレーザ照射し，コンディショニングを行う．その後，移動ステージによってレーザヘッドを砥石軸方向にΔ yずつ移動させ，砥石全面をコンディショニングする．図 107 にレーザ・エアー体照射型ヘッドを示す．このヘッドによりレーザは砥石表面に対し

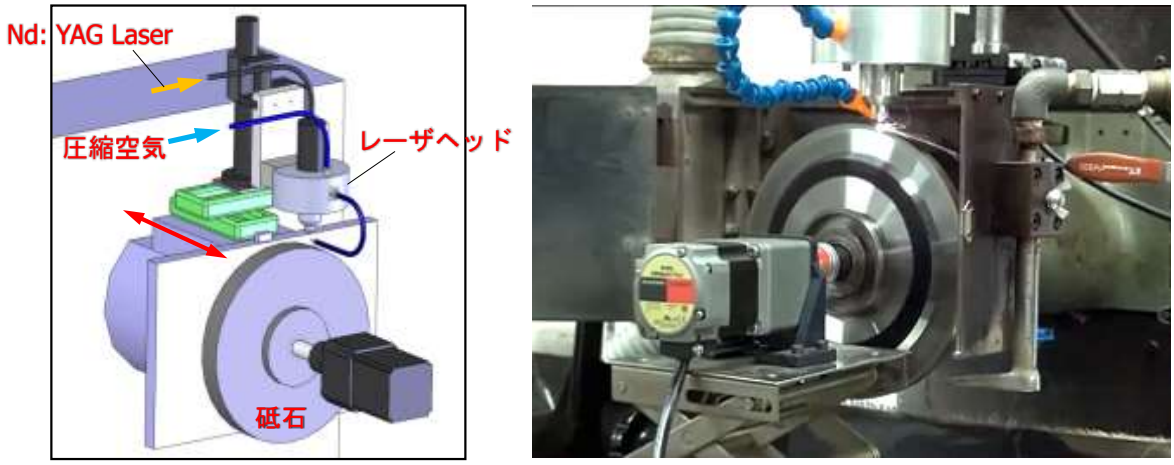


図 106　ロータリドレッシング装置

図 107　ロータリドレッシング装置

図 108　レーザコンディショニングの様子

て垂直に，エアジェットは砥石表面に対してほぼ水平に照射でき，レーザ照射で溶融した結合剤を効率的に飛散させるとともに，砥石表面を冷却し，砥粒の熱的損傷を防いでいる．図108はレーザを照射している様子である．溶融した結合剤(酸化により火花になっている)が圧縮空気により飛散していることがわかる．

【ドレッシング，コンディショニングの結果】

図 109 にドレッシング，コンディショニング後の砥石作業面の状態の一例を示す．図7(a)はロータリドレッシングしたメタルボンドCBNホイールである．図にみるように，砥粒が結合剤より露出し，十分な突出し高さを得ていることがうかがえる．一方，図 109(b)はレーザコンディショニングした状態である．レーザ照射によるCBN砥粒の脱落もなく，図 109(a)と同程度の砥粒が分布していることがわかる．また，砥粒も十分突き出ている様子がうかがえる．ただし，一部溶融再凝固したメタルボンド(光沢部)が砥粒近傍に付着しているのが散見される．これが研削実験にどのような影響を及ぼすかが重要になる．図109(c)はロータリドレッシングしたビトリファイドCBNホイールである．ビトリファイドボンドはレジンやメタルと異なり気孔を有するためボンド面が明確ではないが，比較的密(ビトリファイドホイールのみ集中度 100)に砥粒が分布していることがわかる．メタルボン

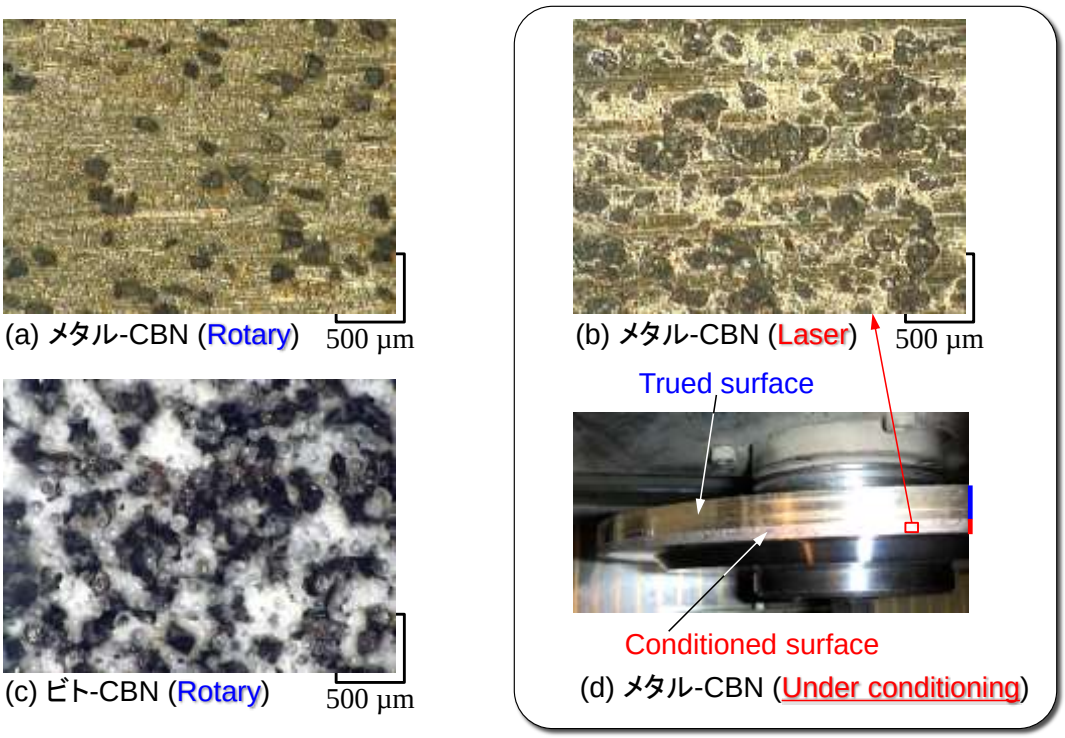


図 109　ドレッシング･コンディショニングされた砥石作業性状

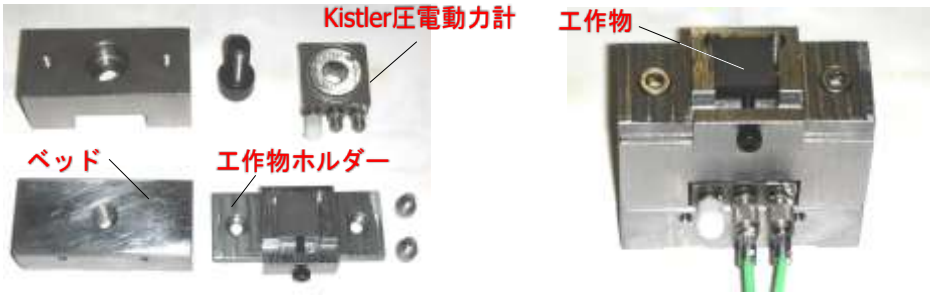
ドと異なり，砥粒形態もフライアブルである．なお，図は省略するが，レジンボンドホイールはメタルボンドと同様な状態であった．図 109(d)はレーザコンディショニング中の砥石作業年で面である．表 16 に示すダイヤモンドツルアでツルーイングした後(平坦化：光沢部)，レーザを照射している．両者の違いが明確である．

【研削実験による砥石の切れ味の評価】

砥石の切れ味は研削抵抗で行う．通常，切れ味の創出を目的とする場合は砥粒の微小破壊を誘発する比較的“粗”なドレッシング・コンディショニングを行い，良好な仕上げ面粗さを目的とする場合は砥粒先端を揃えるような“密”な条件でドレッシング・コンディショニングを行う．

【研削動力計の製作】

砥石の切れ味を評価するための研削動力計を製作した．図 110 に動力計の構成を示す．研削抵抗は水晶圧電式 3 成分動力(KISTLER 3251A)により発生した電荷をチャージアンプで増幅し，オシロスコープによって測定・記録する．工作物(13・13・6^{t})は 2 拘束面によってホルダに固定する．実際の研削抵抗は，砥石回転に対して法線方向成分となるF_nと接線方向成分となるF_tを測定する．動力計はあらかじめ荷重校正実験を通して校正されている．



(a) 動力計部品　　(b) 研削動力計

図 110　3 分力研削動力計

【研削実験】

表 16 に示したCBNホイールを用いて湿式平面研削を行った．レジンボンドとビトリファイドボンド砥石にはロータリドレッシングのみを行い，メタルボンド砥石にはロータリドレッシングとレーザコンディショニングを行った．実験は，到達仕上げ面粗さを調べるトラバース研削(軸方向送り f=2 mm/s)および研削抵抗を測定するプランジ研削を行っている．ここで，図 111 は㈱北熱より提供いただいたラジカル深窒化処理した工作物SKD61 の内部硬度分布と組織写真である．図にみるように，硬化層(800- 1100HV0.1)深さはおよそ 300μmであることがわかる．そこで，プランジ研削では硬化層から母材に達するまで除去するため，総切り込み量(取り代)300μmを目安に研削実験を行った．図 112 に実験装置，表 17 に実験条件を示す．

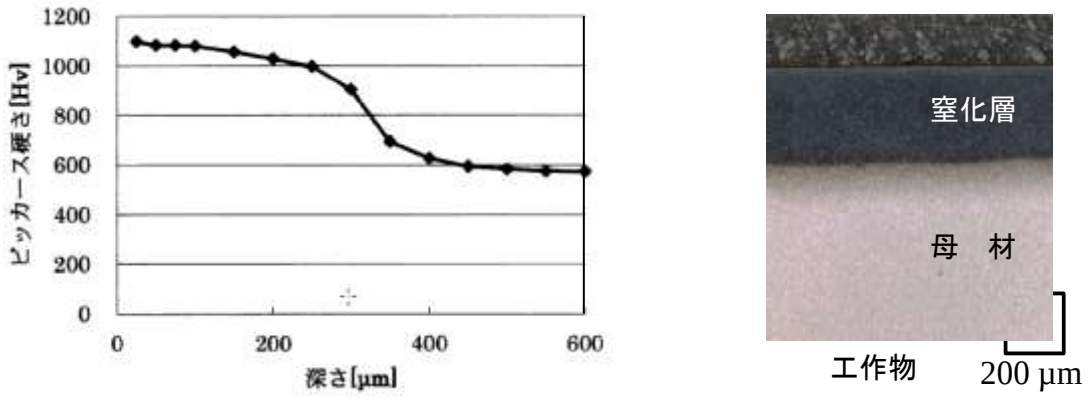


図 111　ラジカル窒化処理された工作物(SKD61)の硬度分布と組織

図 112　実験装置

表 17　実験条件

Grinding wheel			ϕ200×10
Rotary dressed			CB140N75B, V, M
Laser conditioned			CB140N75M
Workpiece			Alloy tool steel (SKD61)
Dimension			13×13×6^t
Heat treatment			Nitriding (1000–1100HV)
Operating parameter			
Wheel speed	v_s	m/s	25
Work speed	v_w	m/min	10
Depth of cut	a	μm	5, 10
Axial feed	f	mm/s	0, 2
Grinding fluid			Water soluble (1:50)

【研削抵抗】

図 113，図 114 に切り込みが 5μmおよび 10μmにおける研削抵波形の例を示す．図にみるように，すべての研削条件において安定した抵抗波形が得られていることがわかる．研削抵抗接線分力F_tに比べ，法線分力F_nがかなり大きくなっているが，これは硬質材料の研削においてみられる特徴である．工作物，研削条件が同一にもかかわらず，研削抵抗が砥石によって大きく異なることがわかる．概して，ビトリファイド，レジン，メタルの順に研削抵抗が大きくなっている．これは，結合剤の影響よりもむしろ砥粒形状(モルフォロジ)の違いがでたものと考えている．ビトリファイドやレジンはフライアブルな砥粒が用いられるが，メタルではブロッキーなものが使用されるため，砥粒の実質すくい角が大きいとともに砥粒逃げ面と工作物の接触面積が大きくなるためと考えられる．

一方，ドレッシング・コンディショニングの影響をみると，レーザコンディショニングされた砥石の研削抵抗が大きくなっている．レーザ照射による砥粒の脱落や破砕などは生じていないことから，これはレーザの照射によって溶融した結合剤(ブロンズボンド)が圧縮空気によって完全に除去されず，砥石表面に局部的に再凝固・付着して工作物と接触したためと考えている．したがって，レーザの照射条件には大きな修正は必要ないであろう．図 115

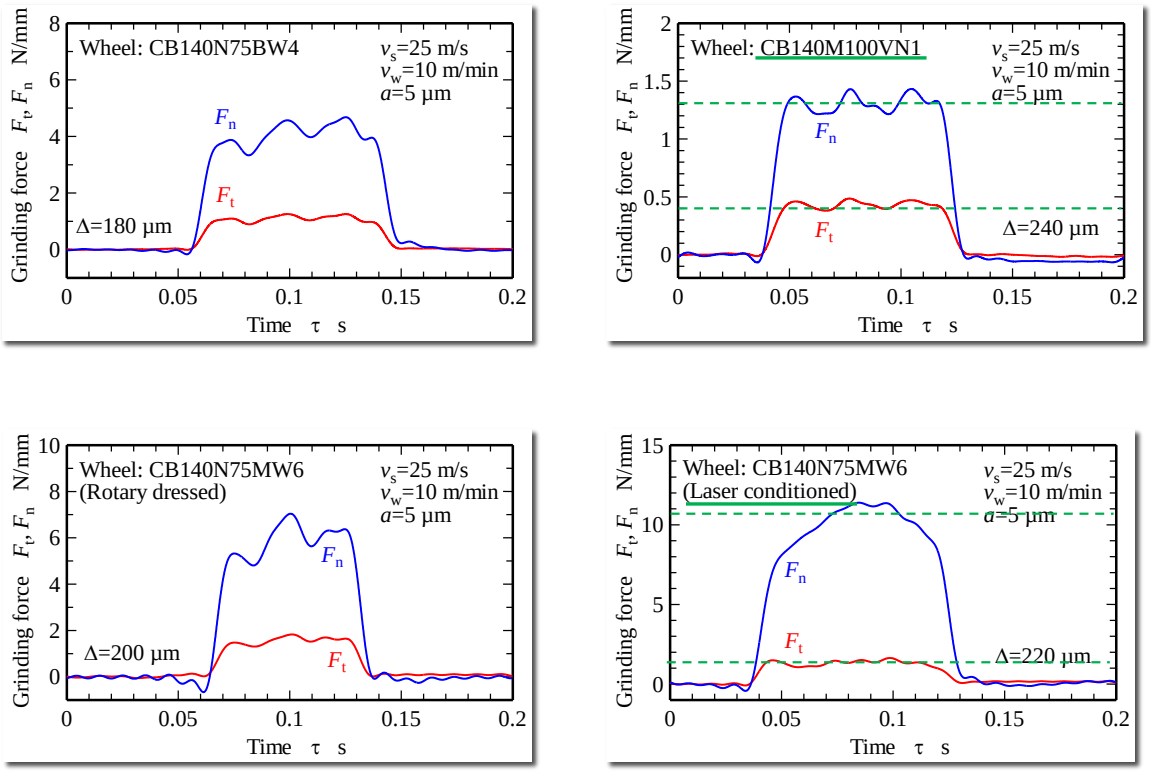


図 113　研削抵抗波形(a=5 μm)

はこれらの結果をまとめたものである．図にみるように，ビトリファイドボンド砥石の切れ味が際だっている．これに対しメタルボンド砥石の研削抵抗が大きいことが明かである．図116 は取り代にともなう研削抵抗の推移である．硬度分布から推定すると取り代(総切り込みΔ)が 200μmから 400μmにかけて研削抵抗が漸減するはずであるが，本実験ではほぼ一定の値で推移する結果になった．他の実験条件でも顕著な研削抵抗の低下は観測されなかった．この理由は現状では定かではないが，少なくとも硬化した窒化層は比較的容易に研

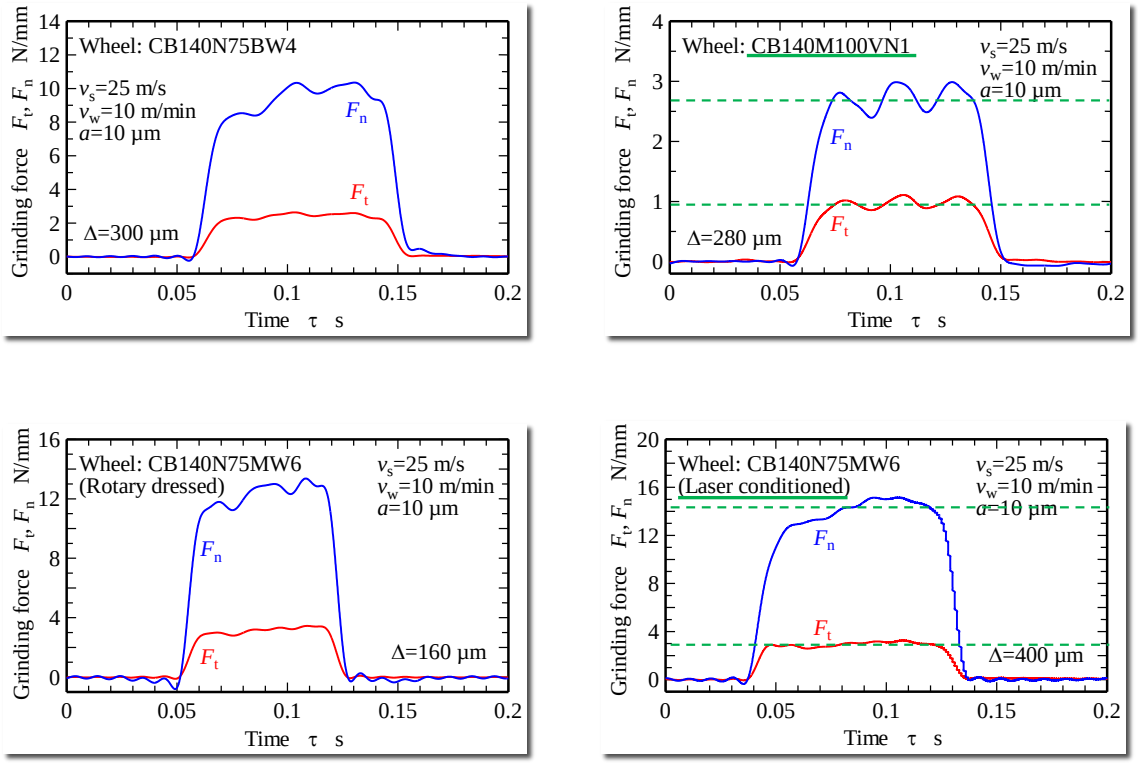
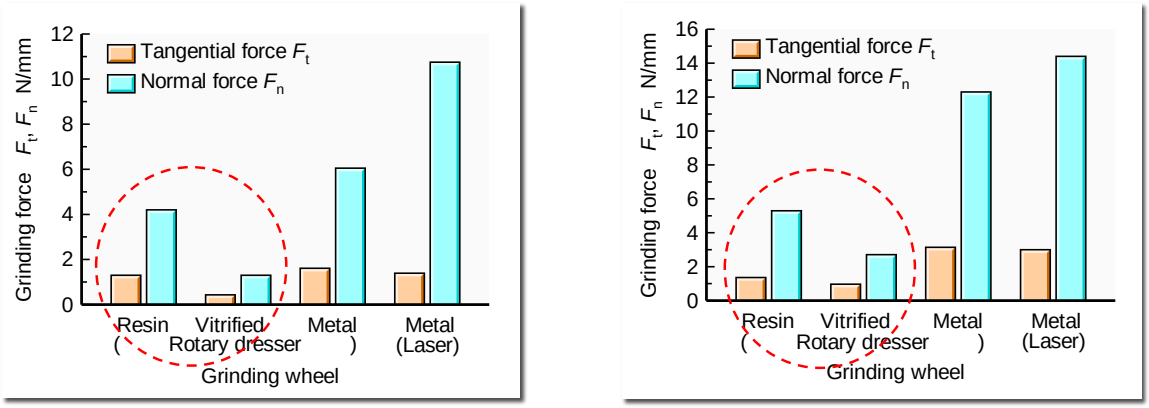


図 114　研削抵抗波形(a=10 μm)



(a) Depth of cut a=5 μm　　(b) Depth of cut a=10 μm

図 115　砥石作業面性状が研削抵抗に及ぼす影響(プランジ研削)

削可能と言える．今後はダイヤモンド砥石を含め，レーザによる砥粒切れ刃への作用を考慮した実験(レーザツルーイング)を行う必要があろう．

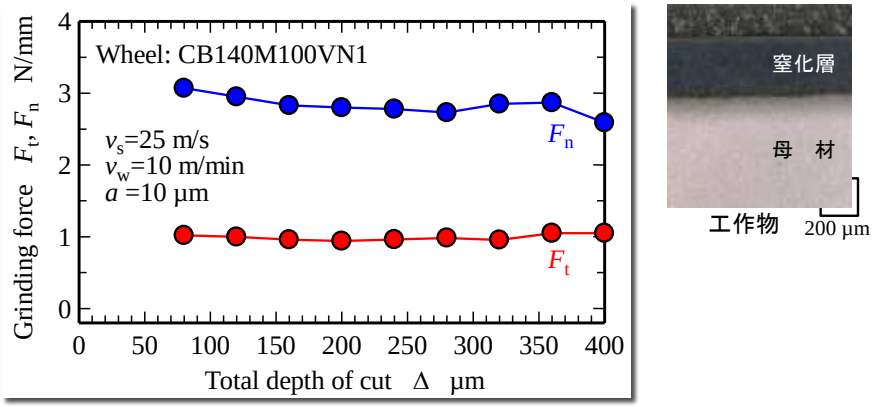


図 116　研削にともなう研削抵抗の推移

【仕上げ面性状(仕上げ面粗さ；形状精度)の評価】

本年度は仕上げ面粗さを評価した．実験はトラバース研削とプランジ研削を行っている．プランジ研削は基本的に砥石作業面凹凸が転写されるため，ドレッシング・コンディショニングによる砥粒の突出し状態が間接的に評価できる．図 117 はトラバース研削における仕上げ面の 3Dプロファイルである．図にみるように，レジンボンドおよびメタルボンド砥石ではおよそR_a=0.1 μm，R_z=1.0 μmレベルの仕上げ面が得られている．一方，ビトリファイドボンド砥石ではR_a=0.5 μm，R_z=4.0 μm程度の粗い面となって，要求される基準を満たしていない．このことから，研削抵抗を小さく切れ味が良好になるようにコンディショニングした場合，仕上げ面が粗くなる結果となった．図 118，図 119 はプランジ研削の結果である．両図より，プランジ研削では砥石作業面の状態がより強調して転写されており，特に，ビトリファイドボンド砥石では顕著な研削条痕が現れている．これに対し，メタルボンド砥石は比較的平滑で良好な仕上げ面が得られており，外観もほぼ鏡面であった．図 120 は仕上げ面粗さの結果をまとめたものである．レーザコンディショニングの有効性が表れておらず，ロータリドレッシングとあまり変わらない結果となった．これらの結果から，ビトリファイド砥石では砥粒先端を揃えるトランケーション，メタルボンド砥石では切れ味を回復するシェービングをねらったコンディショニングを行う必要があると結論できる．

v_s=25 m/s, v_w=10 m/min, f=2 mm/s, a=5 μm

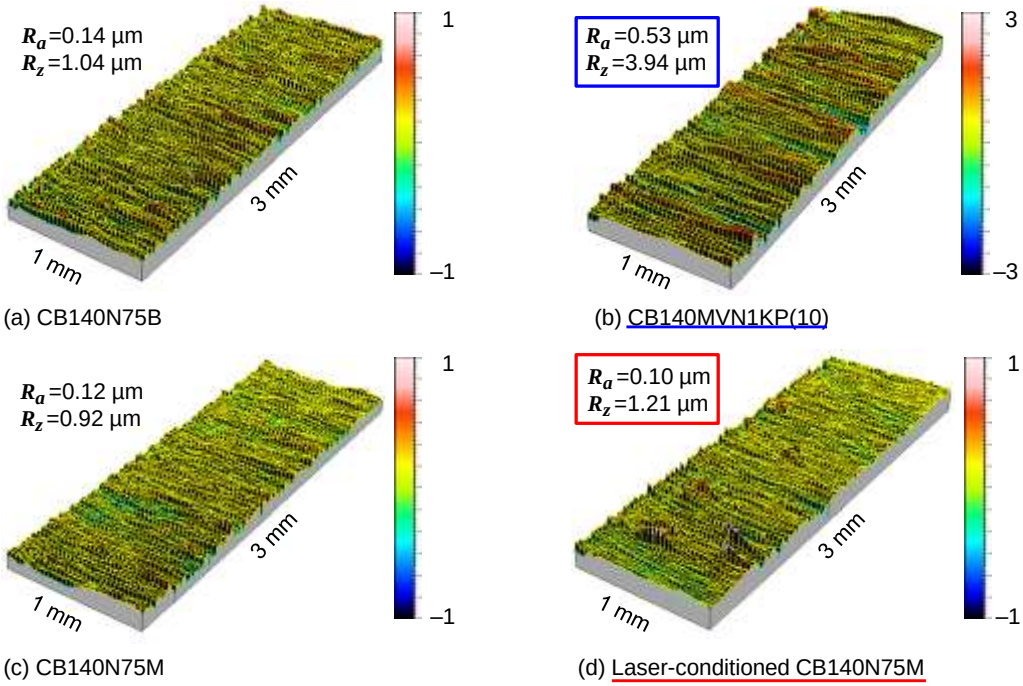


図 117　仕上げ面 3D プロファイル(トラバース研削)

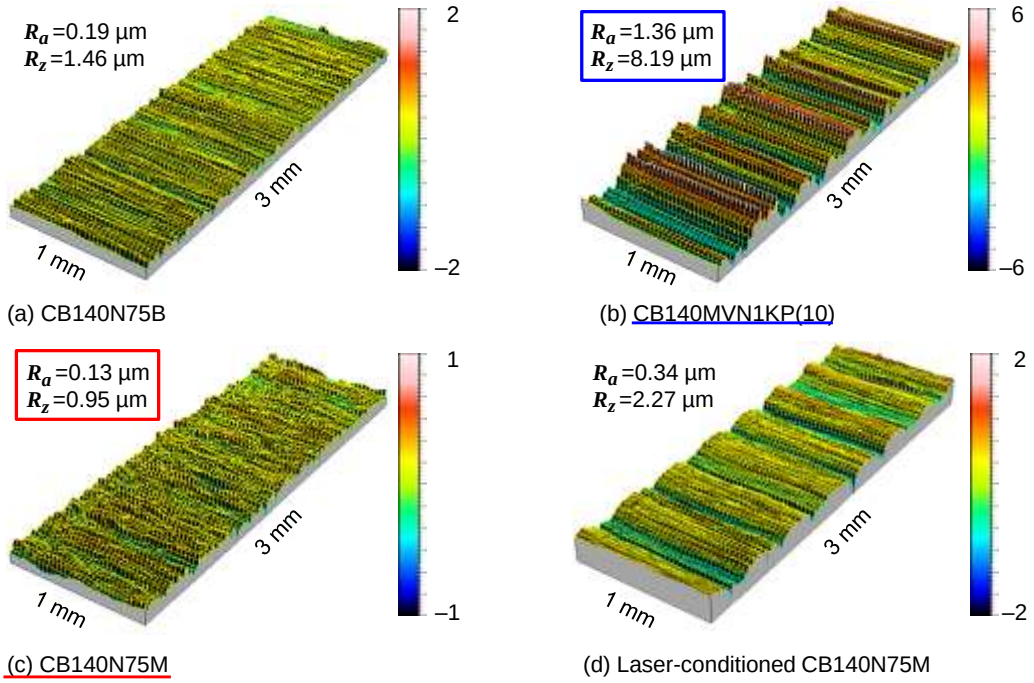


図 118　仕上げ面 3D プロファイル(プランジ研削, a=5 μm)

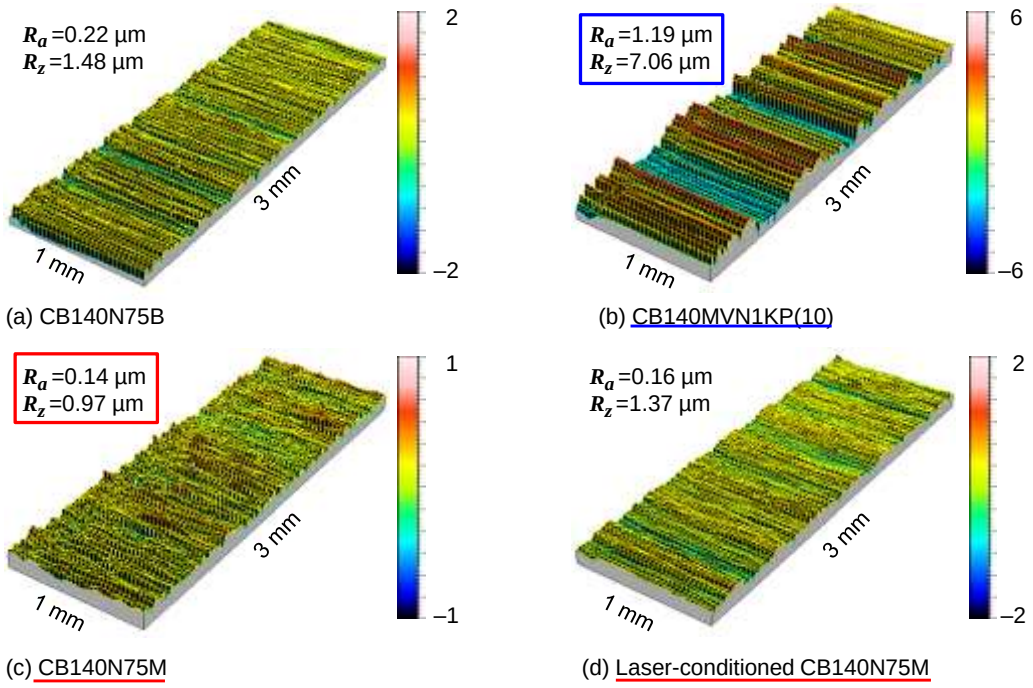
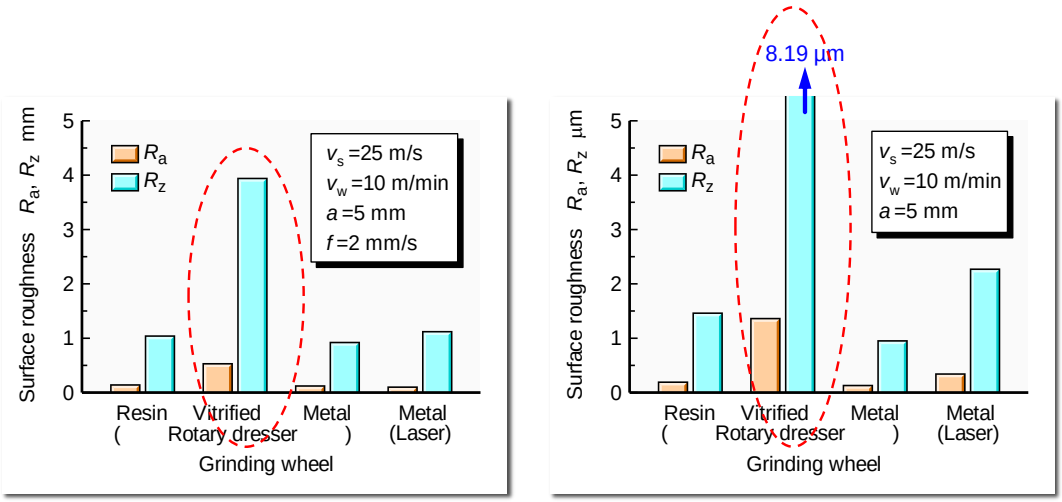


図 119　仕上げ面 3D プロファイル(プランジ研削, a=10 µm)



(a) トラバース研削　　(b) プランジ研削

図 120　砥石作業面性状が仕上げ面粗さに及ぼす影響

【結　論】

4 種類のCBNホイール(CBNC140N75B, CBN140N75M, CBN140M100VおよびレーザコンディショニングしたCBN140N75M)を用いて，窒化処理によって表面硬化したダイス鋼SKD61 の平面研削を行い，下記の結果を得た．

- 表面硬化処理したダイス鋼(1000～1100HV0.1)は，CBNホイールで容易に研削可能である．

- 研削抵抗は砥石作業面の状態によって大きく変化する．
- 研削抵抗はメタルボンドCBNホイールがもっと大きい．特に，レーザコンディショニングしたメタルボンドCBNホイールが最も大きくなった．これは，レーザ照射によって除去しきれなかったメタルボンドが一部砥石表面に残留し，砥粒突出量が十分でなかったためと考えられる．
- 総切込み 400μm程度まで研削を行ったが，硬化層と母材で研削抵抗が低下する現象はみられなかった．
- 一方，ビトリファイドCBN砥石は極めて切れ味が良好で，研削抵抗が最も小さい．
- しかしながら，仕上げ面粗さはビトリファイド砥石が他の砥石に比べて大幅に粗い．
- トラバース研削によって得られた表面粗さは，およそR_a=0.1μm, R_z=1.0μmである．

以上，深窒化処理したダイス鋼は適切なコンディショニングによって容易に研削可能であり，硬化層を表面に残した状態で良好な仕上げ面が生成できる．砥石の粒度は#140 程度で十分であり，必要以上の微粒砥石を使用する必要はないと考えられる．

７－２　マシニングセンタ研削

【研削ホイールの選定】

焼入れ鋼(>700HV0.1)，浸炭鋼あるいはダイス鋼などの硬質鉄鋼材料などの鉄系材料の研削には，通常，大きな研削比(G-ratio)が得られる CBN ホイールが使用される．昨年度の研究結果により，有気孔のビトリファイドボンドホイールと無気孔のレジンボンドホイールで研削抵抗が小さく良好な研削特性が得られたため，本年度はこれら 2 種類の結合剤の砥石を選定した．また，粒度については，#140 では目標となる仕上げ面粗さ(Ra=0.2μm 以下)を達成するのは難しいと判断し，#325 のものを使用した．表 18 に砥石の仕様，図 121 に砥石の外観，図 122 に砥石形状を示す．

表 18　研削ホイールの仕様

軸付きCBNホイール (Bタイプ)			
スペック	寸法	個数	
CBNC325N75BW4(DW1X)	$16^D \times 9^T \times 3^X \times 60^L \times 10^Y$	6	レジン
CBN325M100VN1(61)	$16^D \times 9^T \times 3^X \times 60^L \times 10^Y$	10	ビ　ト

図 121　砥石の外観

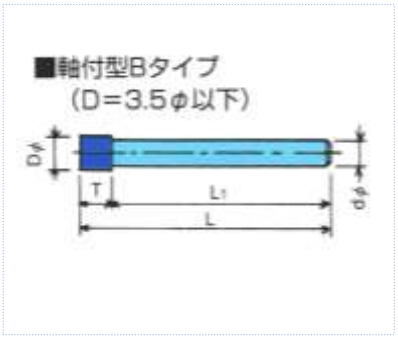


図 122　砥石形状

図 123　ツルーイング状況

【砥石作業面のツルーイング・ドレッシング】

研削ホイールの使用に際しては，砥石作業面を加工に適した状態に創成しなければならない．すなわち，(1)砥粒先端を揃えて振れ回りを除去し，形状を真円に修正するツルーイング；(2)結合剤を除去して砥粒を突き出させ，切れ味を確保するレッシング；を行う必要がある．本研究では GC スティックでツルーイング，WA スティックでドレッシングを行った．この方法では，スティックを所定の位置に設置していれば，NC プログラミングにより容易にツルーイング／ドレッシングができる．なお，有気孔のビトリファイド砥石は GC スティックでツルーイングのみ行い，無気孔のレンジボンド砥石はツルーイングの後，WA スティックで結合剤を除去するドレッシングシングを行った．図 123 に GC スティックによるツルーイング状況を示す．

【円筒形状の工作物の三次元研削の実施】

図 124 に本年度導入した研削動力計を示す．X, Y, Z 方向の力および中心回りのトルクが測定可能であり，最大測定荷重は X, Y 方向は±150N，Z 方向は±300N となっている．アンプが内蔵されているため，研削抵抗は USB 接続にて専用のソフトウェアによってパソコン上のモニタで計測できる．ただし，実時間で計測できるのは F_x, F_y であり，実験後に接線分力 F_t と法線分力 F_n を計算している．図 125 に本年度使用した工作物を示す．工作物は円筒形状とし，凸形状曲線研削を行った．曲線部の曲率半径は 30mm(直径 60mm)であり，直径 16mm(半径 8mm)の砥石で研削する．表 19 に工作物のラジカル窒化処理条件，図 126 に「ESF プラズマ深窒化装置：㈱北熱」により深窒化処理した工作物(SKD61)の硬度分布を示す．図にみるように，表面からおよそ 380μm まで窒化により硬化していることがわかる．また，200μm 程度まで 1000HV0.1 以上の硬度を有してお

り，焼入れ鋼より硬い．本年度の取代は 50μm 以下としており，加工後の表面も硬化層が十分残留している．

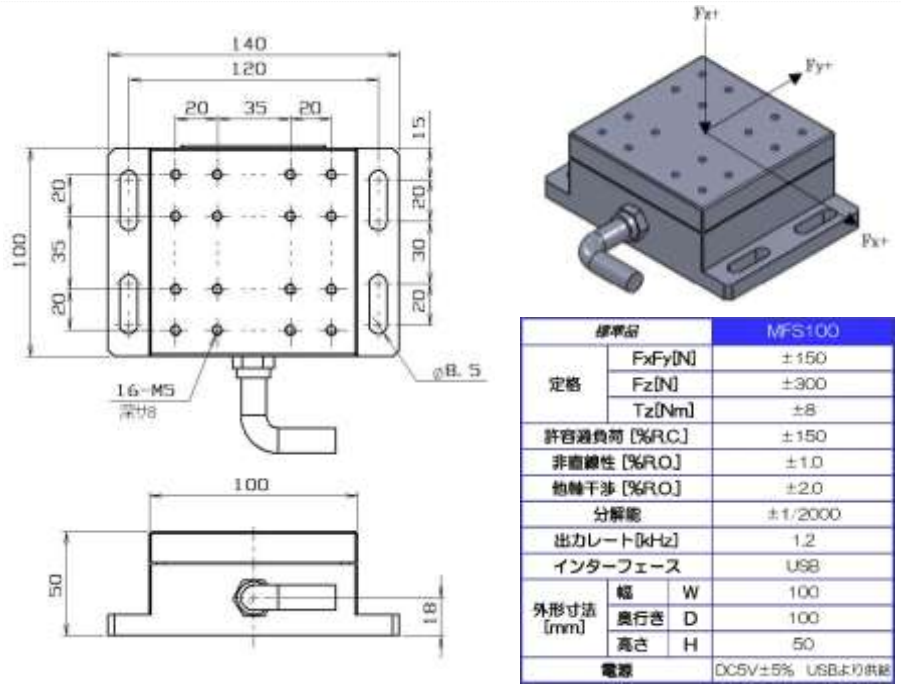


図 124　研削動力計

表 19　ラジカル窒化処理条件

窒化処理条件	工 作 物:KDA(SDKD61) 窒化装置:ホットウォール/バイポーラDCプラズマ深窒化装置(EPN-K212) 処理条件:バッチNo.196 処理温度:540ºC (SUJ2推定温度:524ºC) 処理時間:80 h 狙い窒化深さ:400 μm

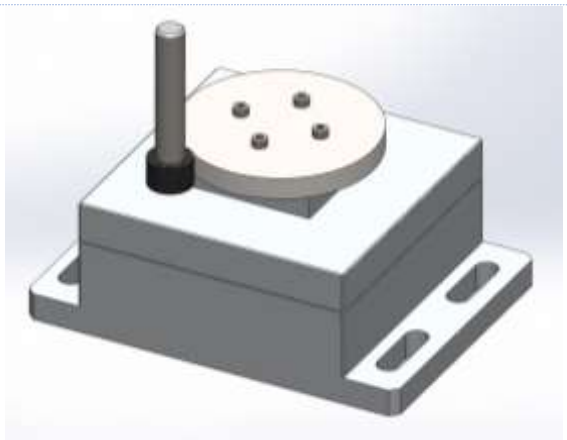


図 125　工作物形状

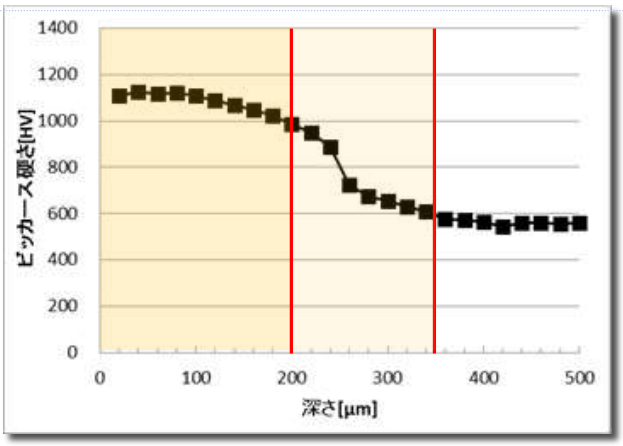


図 126　ラジカル窒化処理された工作物の硬度分布

【研削実験による砥石の切れ味の評価】

【実験装置および実験条件】

図 127 に実験装置の外観と立形マシニングセンタの仕様を示す．マシニングセンタの最大主軸回転数は 12,000 rpm である．実験は図 128 に示すように，砥石軸方向に送りを与える円筒外面トラバース研削を行うが，【実験(1)】はプランジ研削（表 3 の①③），【実験(2)】は砥石軸方向送り z を一定にして送り速度 v_w を変化させた研削（表 3 の②④），【実験(3)】は送り速度を一定にして砥石軸送り f_z を変化させた研削（表 4 の⑤～⑫）を行った．両実験とも，研削前にツルーイング（GC320P-スティック，n_s=1000 rpm，v_w=100 m/min，a=50 μm）およびドレッシング（WA320H/600H-スティック，n_s=1000 rpm，v_w= 100 m/min，a=100 μm）を行って砥石作業面性状を適正化している．表 20，表 21 に実験(1)と実験(2)の実験条件を示す．

MAZAK FJV-2		
能力・容量	テーブル幅	550 mm
	テーブル長さ	1200 mm
主軸	ツールシャンク形式	MAS BT40
	最大回転速度	12,000 min^{-1}
	電動機	22 kW
移動量	X軸移動量	1020 mm
	Y軸移動量	510 mm
	Z軸移動量	460 mm

図 127　実験装置（立型マシニングセンタ：MAZAK FJV-2）

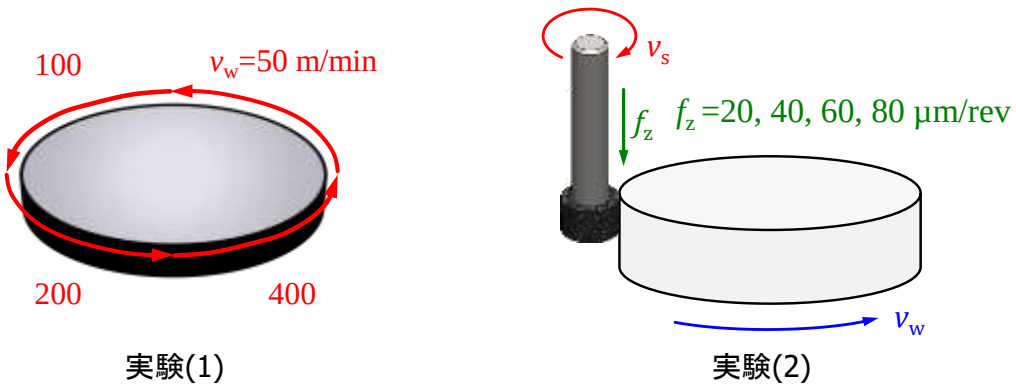


図 128　実験方法

表 20　実験条件（実験(1)）

実験条件	実験①	実験②	実験③	実験④
ホイール (ϕ16×10)	CBN325M100V		CBNC325N75B	
工作物	SKD61			
熱処理	深窒化 (1100HV)			
砥石速度 v_s m/s	5.0 (5,968 min^{-1})			
送り速度 v_w mm/min	50, 100, 200, 400			
軸送り z mm/rev	—	0.1	—	0.1
切り込み a µm	5			
研削液	Water soluble (1:50)			

表 21　実験条件（実験(2)）

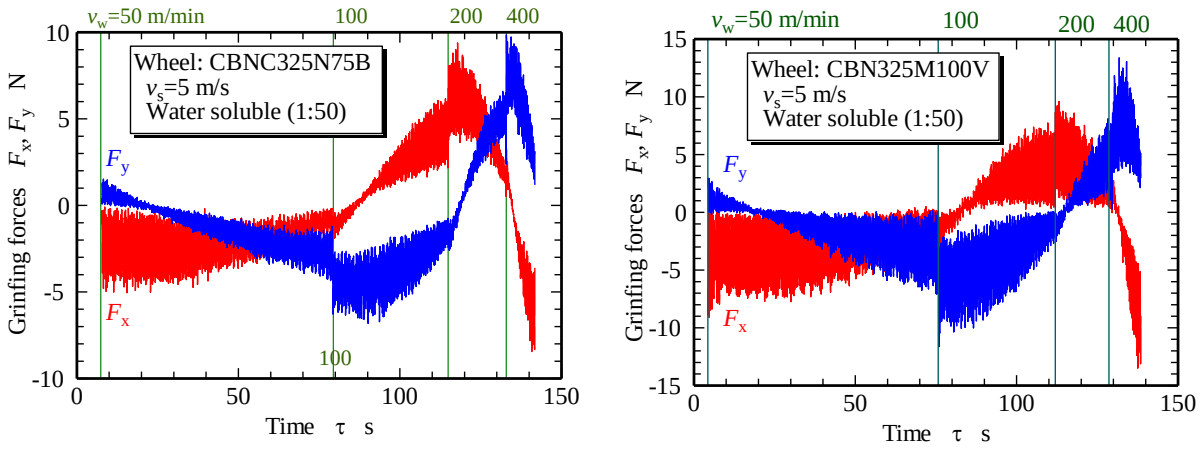
実験条件	実験⑤⑥⑦⑧		実験⑨⑩⑪⑫	
ホイール (ϕ16×10)	CBN325M100V		CBNC325N75B	
	(平均粒径: 44 µm)			
工作物	SKD61			
熱処理	深窒化 (1100HV)			
砥石速度 v_s m/s	5.0 (5,968 min^{-1})			
送り速度 v_w mm/min	200			
軸送り f_z µm/pass	20	40	60	80
切り込み a_p µm	5			
研削液	Water soluble (1:50)			

【実験結果（1）（2）】

【研削抵抗】

図 128(1)に示すように，中心角 90°毎に送り速度 v_w を変化させた．実験(1)はプランジ研削であり，実験(2)では 1 周毎に砥石軸方向に z=100 µm の送りを 5 回与えている．図 129 は工作物を 1 周研削した時の研削動力計の出力波形例である．図にみるように，測定されるのは F_x と F_y であるため，曲面加工ではその大きさが砥石の移動とともに変化している．また，1/4 回転ごとに送り速度が速くなっているため，研削時間が短縮されている．レジンボンド砥石とビトリファイド砥石を比較すると，レジンボンド砥石の研削抵抗が安定している．図 130 は図 129 より算出した研削抵抗合力を示している．図にみるように，送り速度の増加とともに研削抵抗も増加していることがわかる．また，2 種類の砥石を比較すると，レジンボンド砥石の研削抵抗が小さく，各送り速度域とも抵抗が安定している

ことがわかる．これは今回レジンボンド砥石においてドレッシング回数を増やしたため，砥粒突出し量が増加し切れ味が良化したためと考えている．後述する仕上げ面粗さと同様，砥石作業面性状が研削抵抗に大きく影響するため，ツルーイングやドレッシング条件が重要であることがわかる．なお，実験(2)では 1 周目は実験(1)と同じであり，z 軸送り 100 を与えた 2～5 パス目はスパークアウト研削になり，研削抵抗は大幅に低下する．以上の結果を総合すると，マシニングセンタによる凸曲面加工では送り速度が小さい方が安定した研削状



(a) レジンボンドCBN砥石　　(b) ビトリファイドCBN砥石

図 129　研削抵抗波形

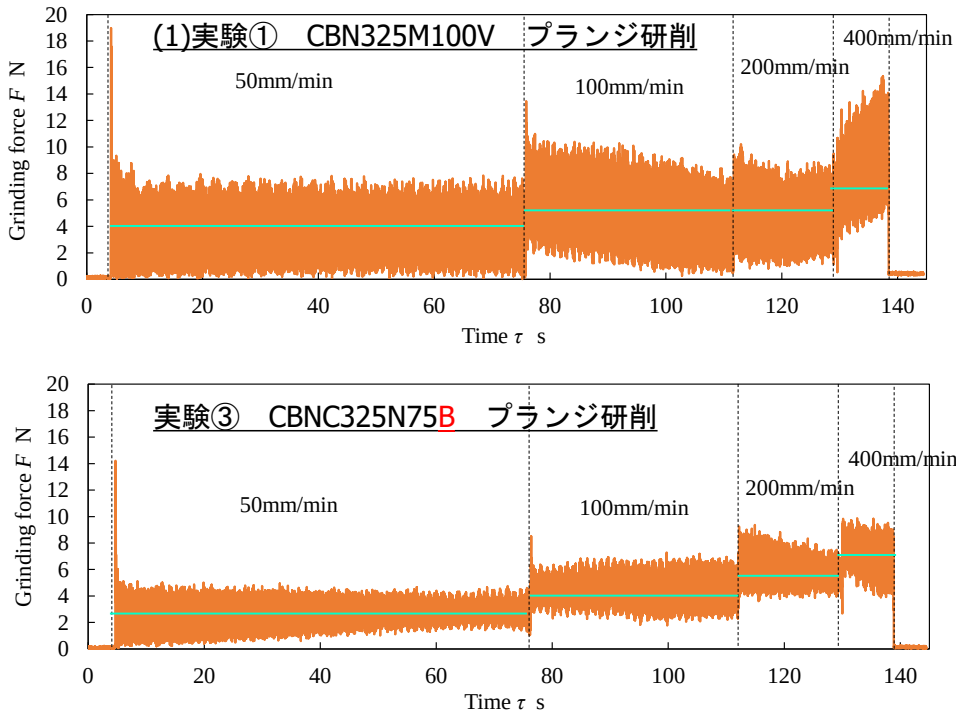


図 130　研削抵抗合力

態が得られるものと考えられる．しかしながら，ドレッシングによって砥石の切れ味をよくすれば，比較的高送り速度においても安定した研削加工が可能である．

【仕上げ面粗さ】

工作物の輪郭研削(プランジ研削)（実験①③）および軸方向送りをおけるトラバース研削（実験②④）における仕上げ面 3D 形状および粗さを測定した．粗さ計はサーフコム 2000DX-3DF: 東京精密である．プランジ研削は基本的に砥石作業面軸方向凹凸が転写されるため，ツルーイング・ドレッシングによる砥粒の突出し状態が間接的に評価できる．図 131 および図 132 にそれぞれ(#325-ビト)-および(#325-レジン)砥石における仕上げ面の 3D プロファイルを示す．ここで，曲面部については曲面を平面にした「R面 補正」を行っている．図にみるように，仕上げ面粗さ(断面曲線の算術平均高さ)はビト砥石で Pa =0.7～0.8μm，レジン砥石で Pa =1.0～1.3μm 範囲に収まっており，送り速度によってあまり変化していないことがわかる．プランジ研削では砥石作業面の状態がより強調して転写されるため，研削条件の影響を受けなかったと考えられる．また，研削抵抗が小さかったレジンボンド砥石で仕上げ面が粗くなっており，ドレッシングによって砥粒突出し量が大きくなったためと考えられる．そこで，仕上げ面粗さを改善するため，Z 軸方向に z=100μm の送りを 5 回与えたトラバース研削を行った．その時の仕上げ面 3 プロファイルと粗さを図 133，図 134 に示す．図にみるように，仕上げ面粗さは大幅に改善されており，ビト砥石で Pa ≒0.5μm，レジン砥石で Pa≒0.7μm を得ている．図 135 はこれらをまとめた結果である，図より，トラバースの効果が一目瞭然である．また，プランジ，トラバースとも送り速度 v_w の影響は顕著にでていない．これは，研削表面の凹凸は主として砥石作業面の砥石幅方向のプロファイルが影響しているためであり，研削抵抗とは異なった傾向にあると言える．今回の結果では，所定の目標値 Pa<0.2μm を達成できていない．これは，粒度#325 が起因しているのではなく，砥石作業面性状の影響が大きいと考えている．通常の平面研削盤と違い，マシニングセンタ内では高精度なツルーイングとドレッシングが難しい．今回は GC スティックによってツルーイングを行ったが，メタルボンドダイヤモンドツルアによって砥粒先端を高精度に揃えることが必要であろう．一方で，小径砥石の円筒外面研削では砥石-工作物の接触領域が小さくなるため同時作用砥粒数が減少することも一因と考えている．

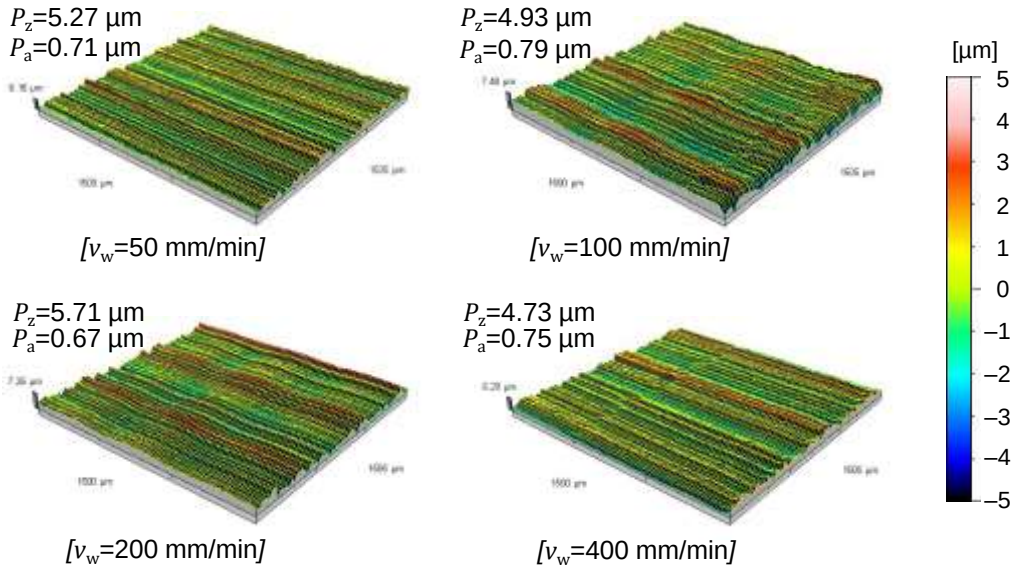


図 131　仕上げ面粗さ（プランジ研削：CBN325M100V）

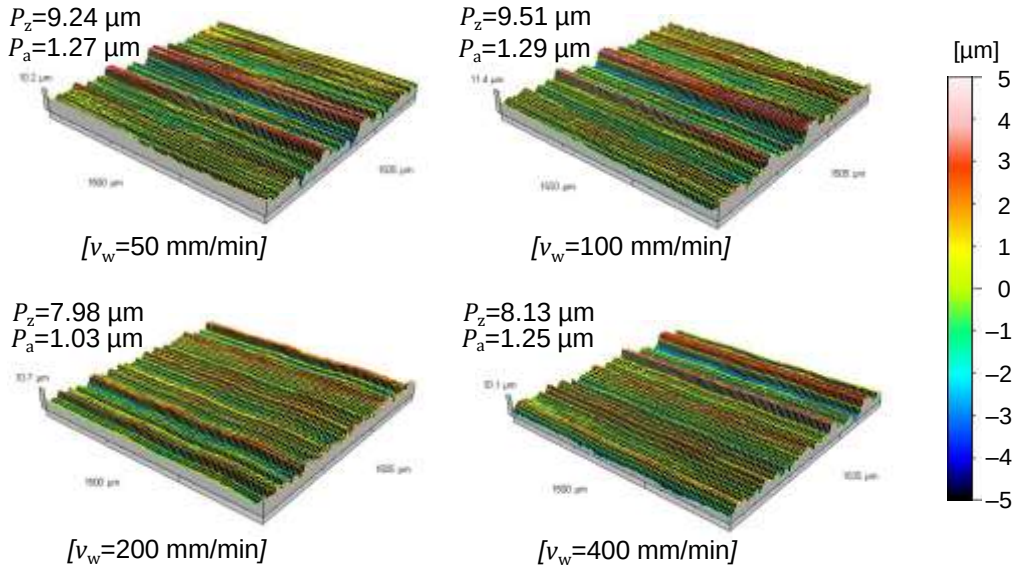


図 132　仕上げ面粗さ（プランジ研削：CBNC325N75B）

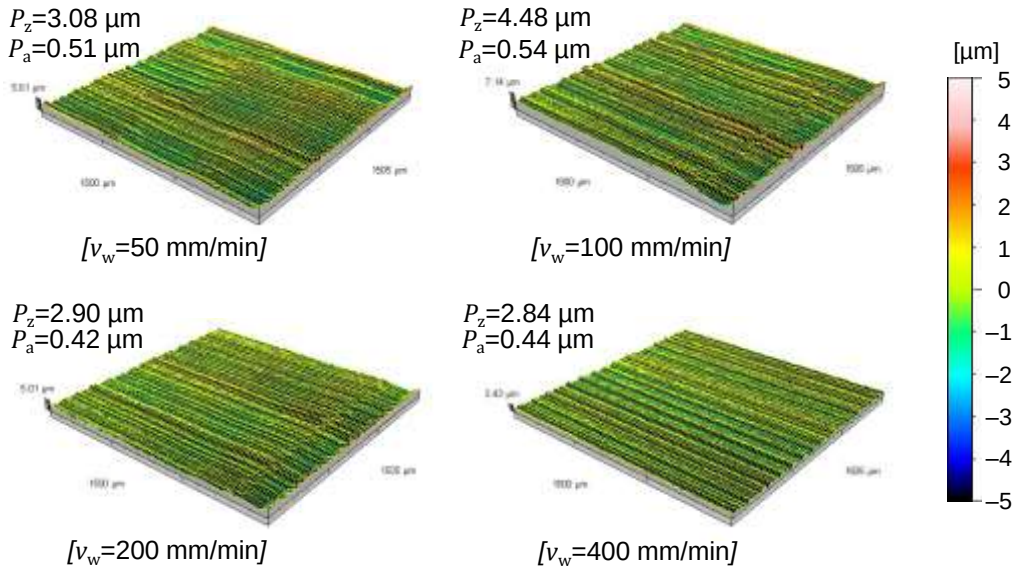


図 133　仕上げ面粗さ（トラバース：CBN325M100V, z=100 µm/rev）

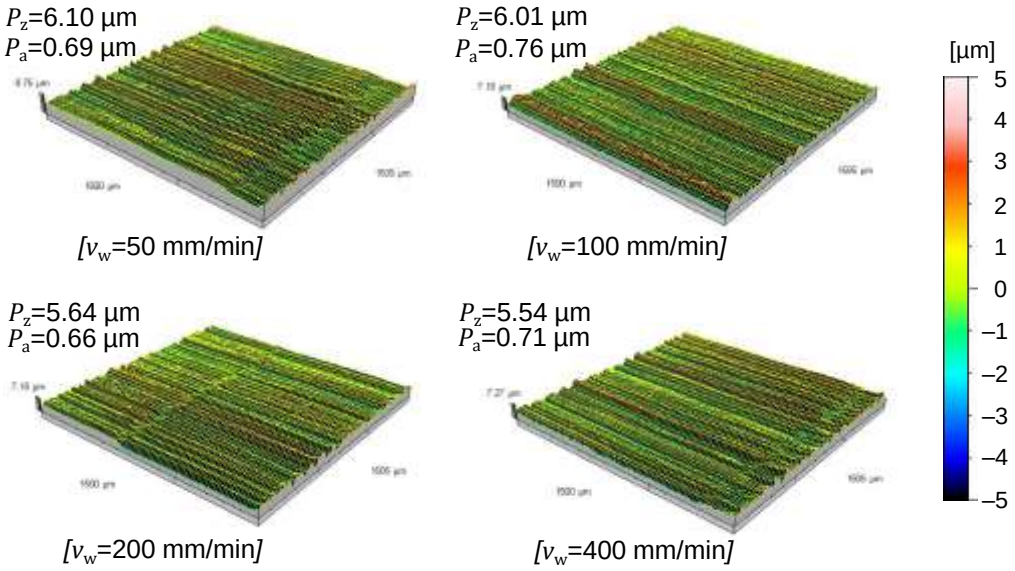


図 134　仕上げ面粗さ（トラバース：CBNC325N75B）

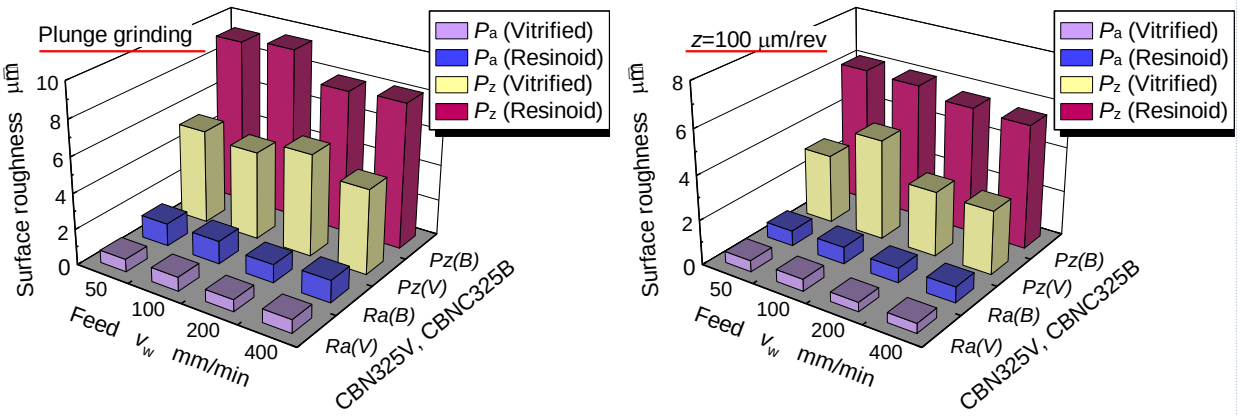


図 135　研削条件が仕上げ面粗さに及ぼす影響

【実験結果（3）】

【研削抵抗】

実験(2)の結果を踏まえ，仕上げ面粗さの改善を目的として，図 136 に示すように，軸方向送り量 f_z を 20, 40, 60, 80 μm/pass と変化させて行った．これは，粒度#325 の平均砥粒径が 44 μm であることから設定した．図 137, 図 138 はそのときの研削抵抗であり，上が生波形(F_x, F_y)，下が算出した接線分力 F_t と法線分力 F_n である．図にみるように，各象限とも１パス目が最も大きく，2～5 パス目はスパークアウト研削となる．両砥石とも Z 軸送り量 f_z の影響は小さく，むしろ f_z=60, 80 μm/pass で比較的抵抗が小さくなっている．この原因は現段階では定かではないが，マシニングセンタにおける運動精度あるいは研削ノズルとの位置関係が起因しているのかもしれない．窒化処理における硬さのバラツキも考えられるが，その可能性は低いと考えている．また，本実験では実験(1)(2)と異なり，レジンボンド砥石で研削抵抗がビトリファイド砥石に比べ，幾分大きくなっている．これは，前回レジンボンドで過ドレッシング気味であったため，WA ドレッサの粒度を#320 から#600 と細かくしたため，突出し量が不十分になったことが推察される．

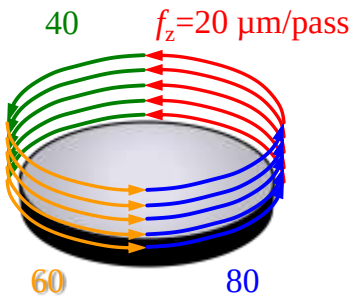


図 136　工具経路（実験(3)）

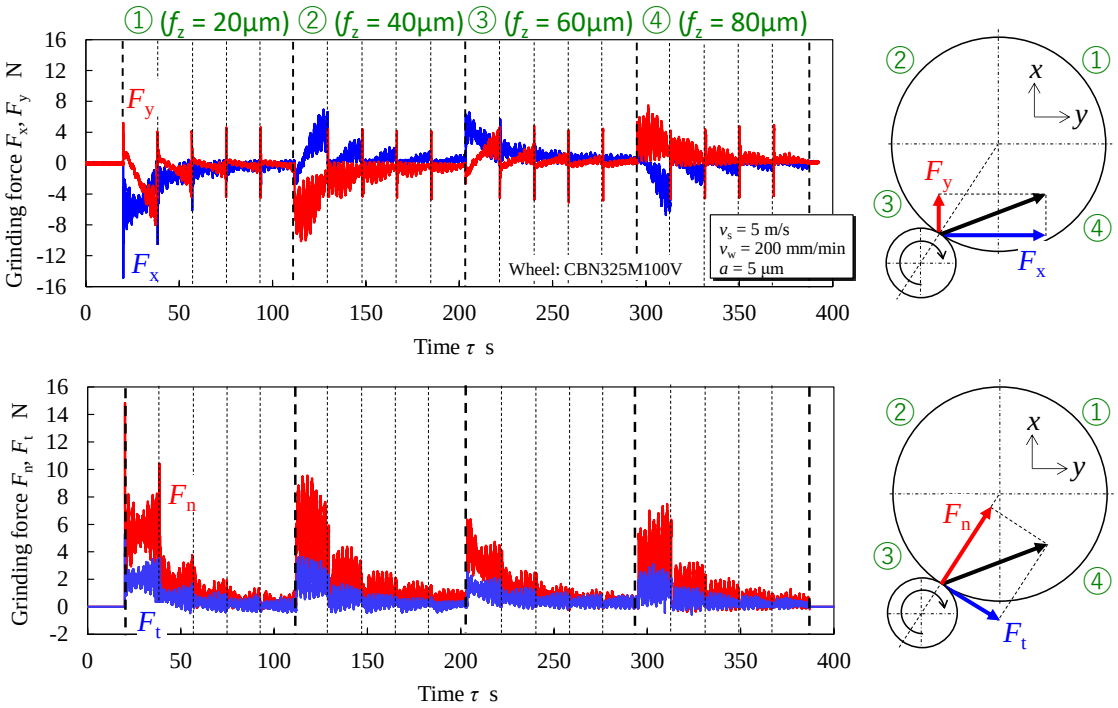


図 137　研削抵抗（トラバース：CBN325M100V, v_w=200 m/min）

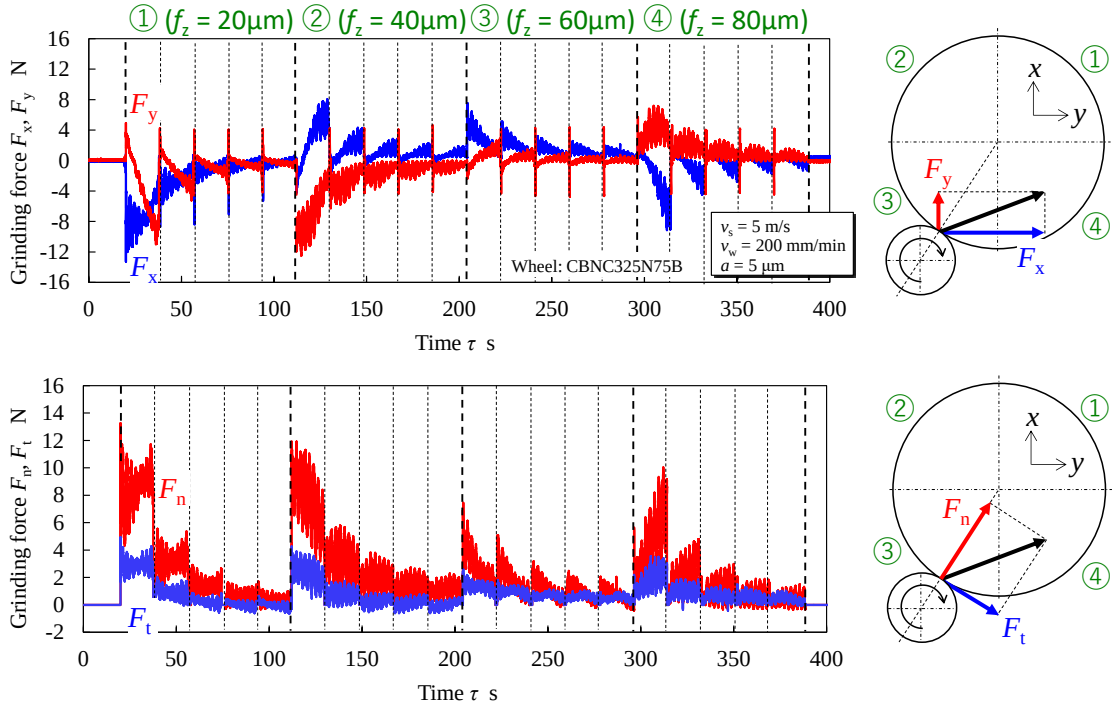


図 138　研削抵抗（トラバース：CBNC325N75B, v_w=200 m/min）

【仕上げ面粗さ】

図 139, 図 140 にそれぞれ(#325-ビト)-および(#325-レジン)砥石における仕上げ面の 3D プロファイルを示す．ここで，曲面部については曲面を平面にした「R 面 補正」を行っている．図にみるように，仕上げ面粗さ(断面曲線の算術平均高さ)は Z 軸送り f_z によるバラツキが大きい．これは，仕上げ面形状は砥石幅方向のプロファイルの重畳作用で形成されるためである．すなわと，5 回の研削パスにおいて，後続するパスが前パスの凸部を効率的に除去することが必要になる．本実験では f_z を砥粒平均粒径の 1/2～2 倍で設定しているが，切れ刃間隔を基準として決める必要があると考えられよう．そのため，両砥石とも f_z =80μm/pass において最も良好な仕上げ面が得られており，ビト砥石で P_a ≒0.6μm，レジン砥石で P_a≒0.9μm となった．レジン砥石でやや粗さが大きくなったのは研削抵抗が大きいことも起因している．なお，ビト砥石の集中度が 100 に対し，レジン砥石の集中度が 75 であることから，レジン砥石では f_z =100 μm/pass 以上で最も良好な粗さが得られることも考えられる．図 141 は粗さの結果をまとめたものである．なお，図中の写真に示すように，砥石はほとんど摩耗しておらず，窒化層自体は容易に研削できることが改めて確認された．

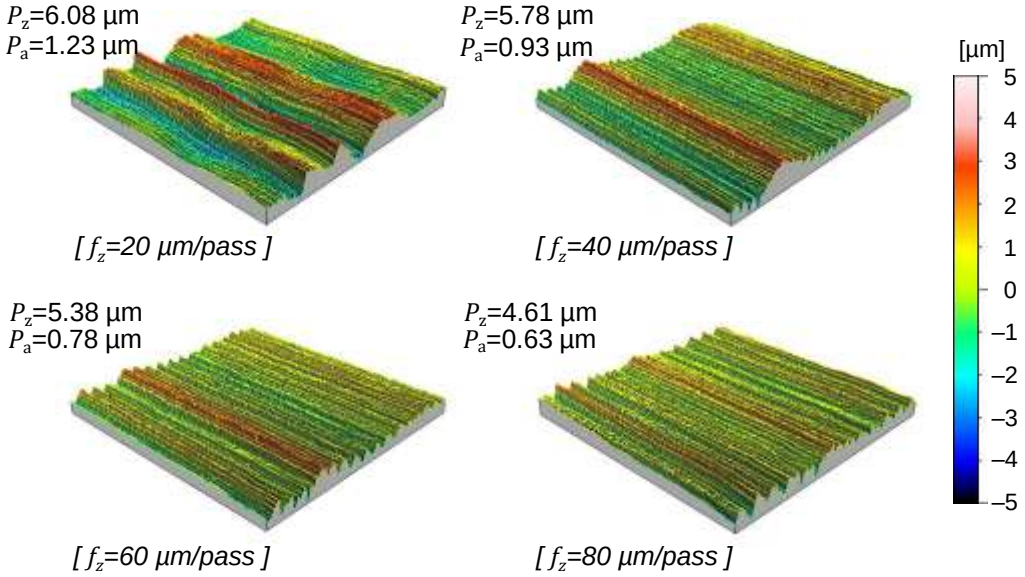


図 139　仕上げ面粗さ（トラバース：CBN325M100V, v_w=200 m/min）

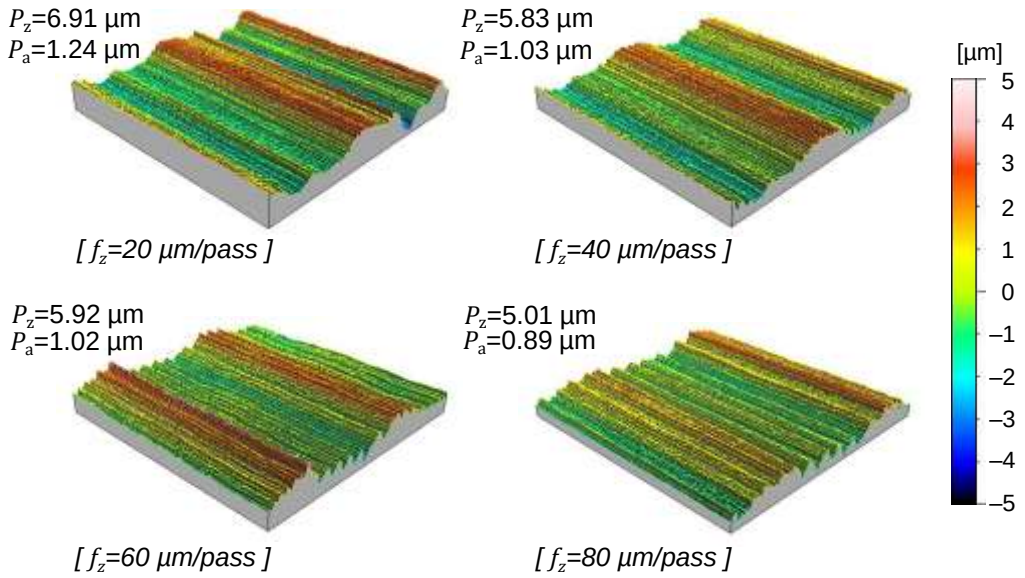


図 140　仕上げ面粗さ（トラバース：CBNC325N75B, v_w=200 m/min）

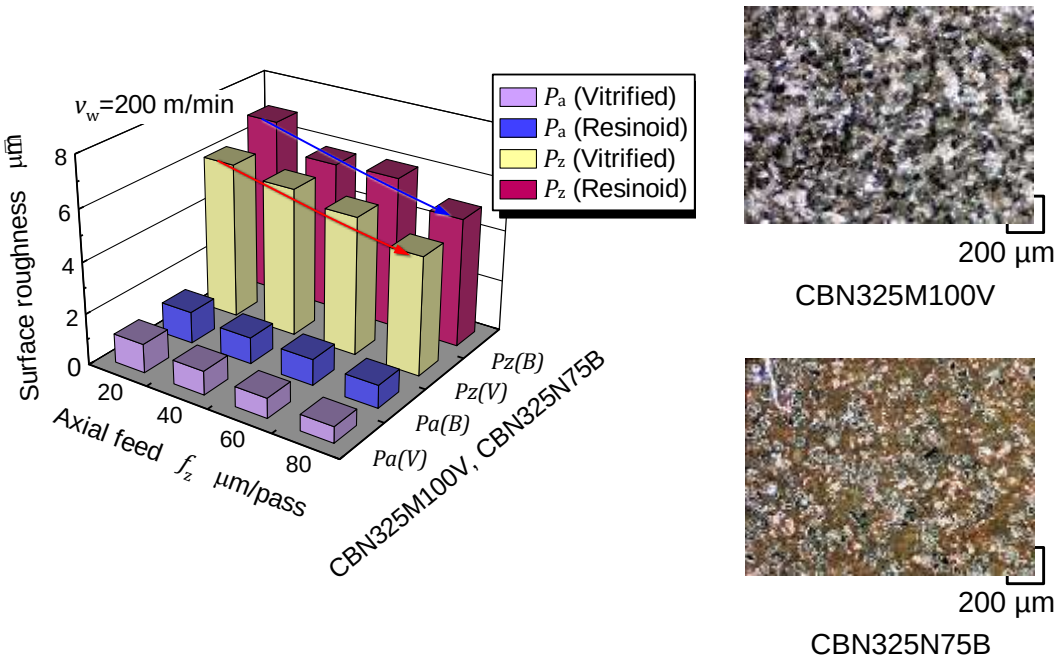


図 141　研削条件が仕上げ面粗さに及ぼす影響（トラバース：CBN325M100V , CBNC325N75B）

【実験結果（4）】

【研削抵抗】

実験(3)の結果を踏まえ，図 142 に示すように，Z 軸送り f_z=80 μm/pass，送り速度 v_w=100 m/min にて全外周面を研削する実験を行った．図 143 はそのときに研削抵抗である．図にみるように，2 パス目以降は研削抵抗も小さく，安定した加工ができていると考えられる．実験(4)ではレジンボンド砥石のドレッシングを再度#320 で多めに実施したため砥粒突出し量が増加し，研削抵抗が小さくなっている．

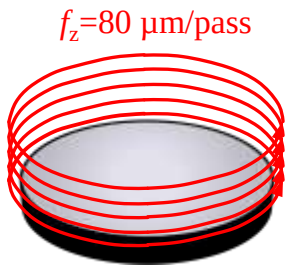


図 142　工具経路（実験(4)）

【表面粗さ】

図 144 は仕上げ面の 3D プロファイルと粗さである．両砥石とも粗さが改善し，ビトリファイド砥石で Pa ≒0.8 μm，レジンボンド砥石で Pa ≒0.7 μm となっている．本実験では砥粒先端を揃えることを意図して，ツルーイングは GC スティクではなくより硬いセラミック(HP-SiC)を使用したが，目標とする粗さ Ra<0.2 μm は達成できなかった．しかしながら，砥石作業面の適正化によって実現できるものと考えている．

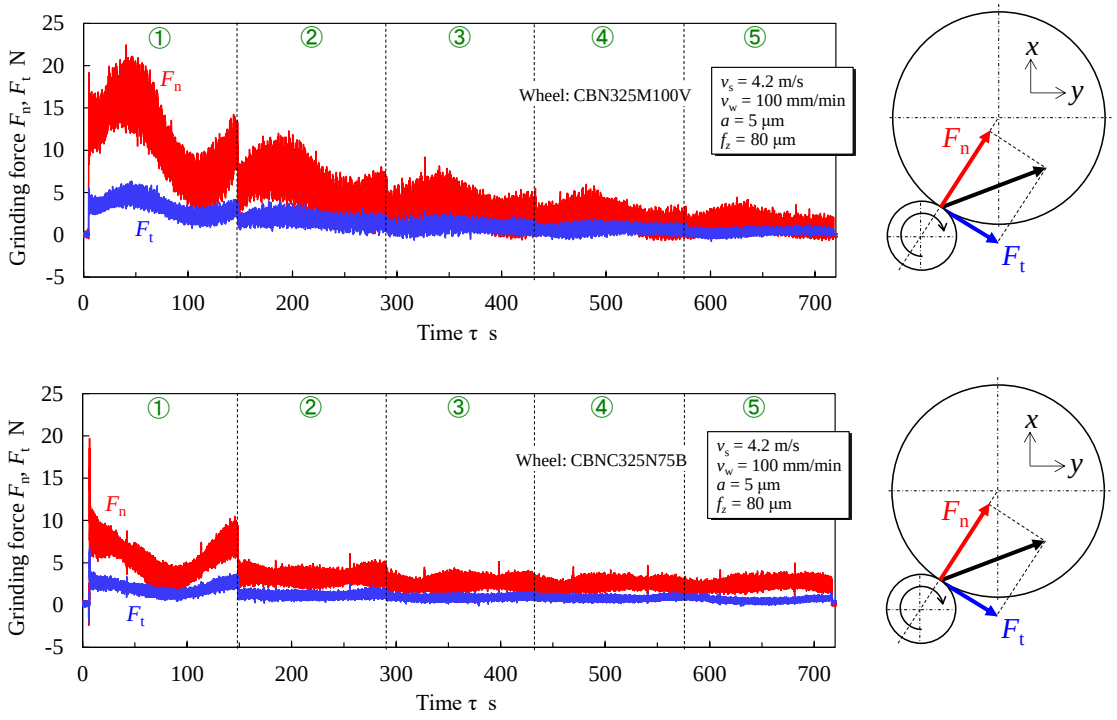


図 143　研削抵抗（トラバース：CBN325M100V , CBNC325N75B, v_w=100 m/min, f_z=80 μm）

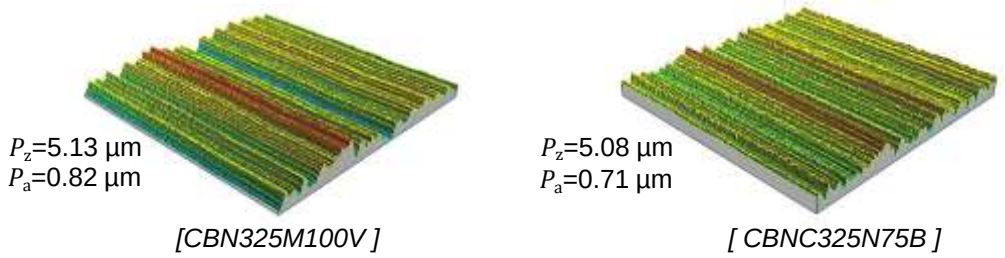


図 144　仕上げ面粗さ（トラバース：v_w=100 m/min, f_z=80 μm/rev）

【結　論】

2 種類の軸付き小径 CBN ホイール(CBNC325N75BW4, CBN325M100VN1)を立形マシニングセンタに装着し，深窒化処理によって表面硬化したダイス鋼の 3 次元研削を行い，下記の結果を得た.

- 深窒化処理によって表面硬化したダイス鋼(1000～1100HV0.1)は，ビトリファイドボンドおよびレジンボンド CBN ホイールで容易に 3 次元研削が可能である．砥石摩耗もほとんど発生しない.
- ひずみゲージ式研削動力計を用いることによって，三次元曲面研削における研削抵抗の測定が可能になり，研削状態をモニタリングできる.
- ビリファイドボンドト砥石は GC スティック砥石によるツルーイングのみ，レジンボンド砥石はツルーイングの後，WC スティックでドレッシングをすることで適切な砥石作業面を形成できる．しかしながら，良好な仕上げ面を得るためには，ダイヤモンドツルアなどで砥粒表面を揃えることが不可欠である.
- 曲面加工(X-Y 平面)において軸方向(z 軸)送りを与えることで，#325-ビト砥石で断面曲線の算術平均粗さ Pa=0.4～0.5μm, #325-レジン砥石で Pa =0.6～0.8μm 程度の仕上面粗さが得られた.
- 曲線形状の研削は可能であるが，高精度に加工するためには研削抵抗を一定に保つ必要がある．そのためには研削液の供給状態を一定に保つとともにマシニングセンタヘッドの運動精度を確保することが重要である.
- 研削後の研削面表層の硬さはすべての研削条件で 1000HV0.1 以上を維持しており，研削熱による表面の軟化はない.

以上，深窒化処理したダイス鋼をマシニングセンタで三次元研削加工することは容易であり，硬化層を表面に残した状態で比較的良好な仕上げ面が生成できる.

第８章　全体総括

本事業では航空機部品向けの高品質・高能率・クリーン深窒化プロセスの開発に取り組んだ．研究の要であるＥＳＦプラズマ深窒化装置の開発においては，条件設定や制御プログラムに苦労し時間を要したものの，従来にない脆弱化合物層フリー深窒化法を開発することができた．そして，深窒化に対応した非破壊検査方法や研削方法を開発し組み合わせることで，新しい深窒化プロセスを完成できた．実際の航空機部品へ適用すると新たな課題に直面する可能性があるものの，基本的な技術を確立できたと考えている．また，技術面よりも営業面や認証面での課題が多く，事業終了後も本共同体で受注準備を継続していきたいと考えている．一方，波及効果として見込んでいた金型については，脆弱化合物層フリー深窒化の展開が期待できる．平成 30 年７月に大型のプラズマ深窒化生産機を導入し，年内に事業化を開始する計画である．今後も本共同体で研究を進め，航空機部品を中心とした用途開発を進めたい．