

ノート

アークアシストグロー放電を利用した低炭素鋼のプラズマ窒化処理

中村 勲^{*1)}

Plasma nitriding of low carbon steel using arc assisted glow discharge

Isao Nakamura^{*1)}

キーワード: プラズマ窒化, 低炭素鋼, 表面分析, 金属組織

Keywords: Plasma nitriding, Low carbon steel, Surface analysis, Microstructure

1. はじめに

鉄鋼材料に窒化処理を施すと表面から拡散した窒素により, 高硬度な化合物層と拡散層が形成され, 疲労強度や摩耗特性が向上する。窒化処理の代表的な特徴として, 化合物層による摺動特性の付与と 727°C の A_1 変態温度以下での低い処理温度による熱処理変形の少なさがある⁽¹⁾。

数ある窒化処理法の中でも, プラズマ窒化処理は, プロセス温度の低温化による基材変形量の抑制, 機械的強度低下の抑制および処理時間短縮が期待されている⁽²⁾。

本研究ではアークアシストグロー放電を利用したプラズマ窒化処理を試みた。アークアシストグロー放電とは, Ti のアーク蒸着により発生した電子をプラズマ生成に利用することでプラズマを高密度化するプロセスである^{(3),(4)}。そのアークアシストグロー放電と基板へのパルス電圧印加を組み合わせることで効率的なプラズマ窒化を実現できる。

外部加熱温度 450°C 以下でのプラズマ窒化処理の開発を試み, 冷間圧延鋼板に対してプラズマ窒化処理を適用し, 基板への印加電圧と外部加熱温度に対する窒化層生成挙動との相関性を明らかにすることを目的とした。

2. 実験条件

2.1 アークアシストグロー放電によるプラズマ窒化

本研究で用いた窒化装置のチャンパー内概略図を図 1 に示す。チャンパー扉の内側にはアーク蒸着源とそこからの蒸発物がチャンパー内で成膜されないようにターゲットと対極に遮蔽板が設置されている。アークにより蒸発した Ti がイオン化されることで電子も生成される。電子は遮蔽板の隙間からアノード電極に向かって加速する中で, チャンパー内のプロセスガスと衝突することで高密度プラズマを生成している。

基板材料として, 炭素量 0.15 mass% 以下の冷間圧延鋼板 (SPCC) を用いた。20 mm × 15 mm × 3 mm に切断後, 鏡面研

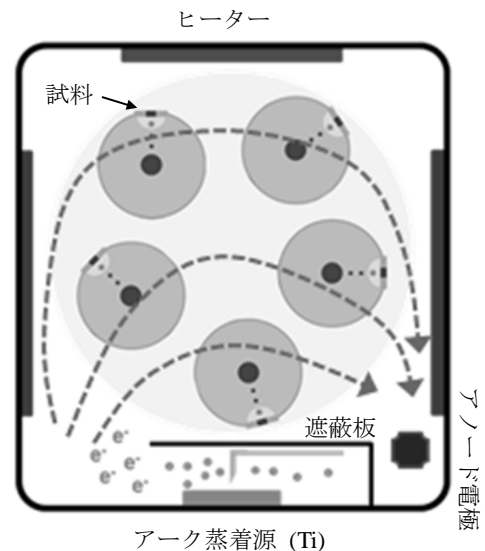


図 1. 窒化装置概略図

磨を施し, アセトンによる超音波洗浄後, プラズマ窒化処理に供した。プロセスガスには, Ar および N_2 ガスを用い, それぞれの流量を 40 sccm と 120 sccm, プロセス圧力を 5 Pa とした。基板への印加電圧を 100, 200, 300 および 500 V とし, パルス周波数を 20 kHz とした。外部加熱温度を加熱なし (RT), 300, 400 および 450°C, 処理時間を 60 分および 120 分とした。

2.2 評価方法 金属顕微鏡を用いて, 窒化層の金属組織を観察した。エッチング液には, 5%硝酸-エタノールを用いた。窒化層の結晶構造をエックス線回折法によって評価した。化合物層の硬さをナノインデンテーション法により評価した。押し込み圧子には Berkovich 圧子を用いて, 最大押し込み荷重を 5 mN, 保持時間を 10 秒とした。

3. 実験結果と考察

本研究で得られた典型的な窒化層の金属組織を図 2 に示す。印加電圧 300 V, 外部加熱温度 450°C で 120 分間プラズ

マ窒化処理した場合、矢印で記した範囲が窒化層であり、化合物層および拡散層を含めた全窒化層厚さは約 250 μm であった。金属組織は、素地は αFe 、最表面には数 μm の化合物層、その直下には針状および粒状の $\gamma\text{Fe}_4\text{N}$ からなる拡散層が観察された⁽⁶⁾。なお、最表面の化合物層については、エックス線回折法によって $\epsilon\text{Fe}_2_3\text{N}$ の結晶構造を確認した。

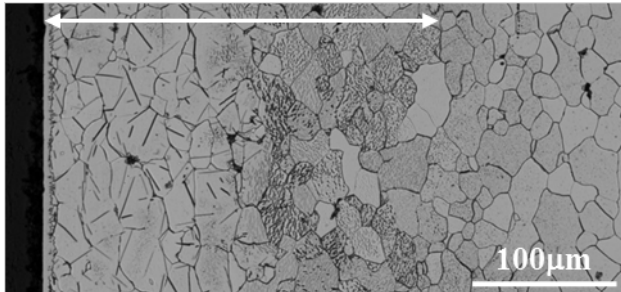


図 2. プラズマ窒化処理した SPCC の金属組織

図 3 に印加電圧および外部加熱温度に対する窒化速度の変化を示す。窒化速度は、各条件の金属組織観察から全窒化層厚さを測定し、プラズマ窒化処理時間を除して定義した。外部加熱なし (RT) の印加電圧 100 および 300 V では、表面および金属組織観察の結果、表面は鏡面状態をほぼ保っており、金属組織は αFe のみが観察されており窒化はされていなかった。印加電圧を 500 V に上げると、1 μm 程度の化合物層と粒状の拡散層が確認され、窒化速度は 30 $\mu\text{m}/\text{h}$ であった。外部加熱温度を 450 $^{\circ}\text{C}$ とすると、印加電圧 100 V でも窒化層の形成が認められ、窒化速度は 97 $\mu\text{m}/\text{h}$ を示した。

印加電圧および外部加熱温度のいずれも増加させると窒化速度は向上した。印加電圧の増加により Ar^+ や N_2^+ イオンが試料に衝突する際のエネルギーが高くなるため、スパッタリング効果ならびに自己加熱効果により窒素と鉄の反応が促進されるため、表面での化合物層形成と窒素の内部拡散に寄与したと考えられる。また、外部加熱温度の増加も窒素と鉄の反応および窒素の内部拡散を促進し、窒化速度の向上に寄与している。

ナノインデンテーション法により、外部加熱温度 450 $^{\circ}\text{C}$ で

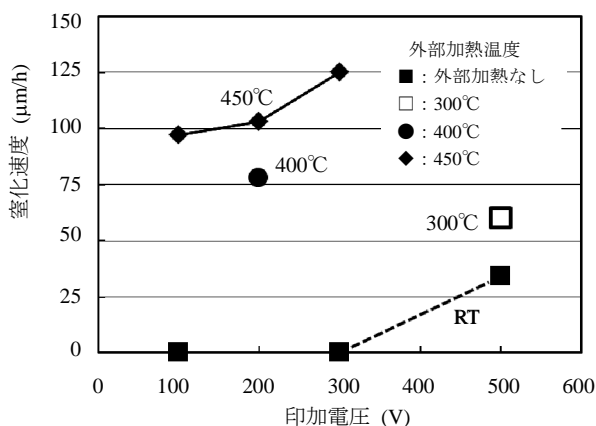


図 3. 印加電圧および外部加熱温度に対する窒化速度の変化

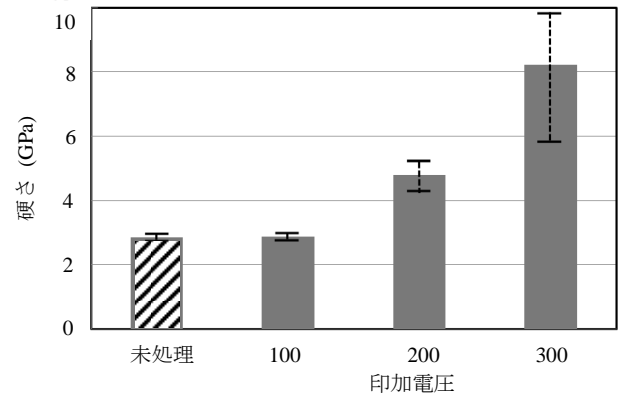


図 4. ナノインデンテーション法による印加電圧に対する硬さの変化

印加電圧を変化させた際の硬さを図 4 に示す。未処理 SPCC の硬さは 2.9 GPa であった。印加電圧 100 V では 3.0 GPa であり未処理の硬さと同等であった。これは Berkovich 圧子が表層の薄い化合物層を突き抜けて素地の硬さを測定しているためである。一方、印加電圧の増加とともに化合物層も厚くなるため、300 V では 8.2 GPa と高い値を示した。

4. まとめ

アークアシストグロー放電を利用したプラズマ窒化を試み、印加電圧および外部加熱温度の影響について検討し、化合物層と拡散層からなる典型的な窒化層が生成できた。印加電圧および外部加熱温度の増加に伴い、窒化速度が向上することがわかった。外部加熱温度 450 $^{\circ}\text{C}$ 、印加電圧 300V での処理条件では、窒化速度が約 125 $\mu\text{m}/\text{h}$ であった。外部加熱温度 450 $^{\circ}\text{C}$ 、印加電圧 300 V の SPCC の硬さは 8.2 GPa であった。今後は、 Ar/N_2 ガス流量比やパルス周波数などによるプラズマ窒化条件の最適化を図り、400 $^{\circ}\text{C}$ 以下でのプラズマ窒化の高速化と適用鋼種の拡大を検討する予定である。

(平成 28 年 7 月 4 日受付, 平成 28 年 7 月 29 日再受付)

文 献

- (1) 河田一喜:「本当によくわかる窒化・浸炭・プラズマCVD」, 日刊工業新聞社 (2012)
- (2) 市井一男:「窒化処理の基礎と窒化処理系」, 熱処理, 45, pp.268-273 (2005)
- (3) J. Vetter, T. Wallendorf, "Plasma diagnostics of arc-enhanced glow discharge", Surface and Coatings Technology, 76-77, pp. 322-327 (1995)
- (4) G. Erikens, J. Vetter, J. Muller, T. Brinke, M. Fromme and A. Mohnfeld: "Plasma Assisted Surface Coating", verlag modern industrie (2011)
- (5) 石田憲孝訳:「鉄の窒化と軟窒化」, アグネ技術センター(2013)