

平成 30 年 5 月 14 日現在

機関番号：33907

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2015～2017

課題番号：15K14187

研究課題名(和文) 微小隙間内面処理のための新しい窒化処理法の開発

研究課題名(英文) Development of plasma nitriding in specimen with narrow gap

研究代表者

宮本 潤示 (Miyamoto, Junji)

大同大学・工学部・講師

研究者番号：50713046

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円

研究成果の概要(和文)：研究期間全体として以下の成果を得た。

1. 高周波および直流グロー放電を用いた2種類の新しい窒化処理法を開発した。2. 高周波を用いた窒化処理法では0.6Pa程度の高真空中でプラズマ窒化を行うことに成功し、直流グロー放電を用いた窒化処理法では、従来の処理方法に比べて20%処理時間を短縮させることに成功した。3. 処理前の表面性状を維持することに成功した。4. 1mmの微小隙間まで内面を硬化させることができた。

以上のことにより、処理前の表面性状を保ったまま、微小な隙間内面を窒化することができる新しい処理法の開発に成功した。複雑な形状を有する工具や金型などに対して有効な処理法であり、その意義は大きい。

研究成果の概要(英文)：A new plasma nitriding technology using dc and RF glow discharge were performed in order to increase the surface hardness in the slit of tool steels. The following conclusions were drawn.

1. In dc and RF glow discharge plasma, Diffusion-based nitriding can be attained by controlling the sample potential, that ultimately maintain neutral particles. 2. RF plasma nitriding of the tool steel were obtained a surface hardness of more than two times that of the untreated sample in high vacuum atmosphere (0.6 Pa). 3. The nitriding speed of new dc glow discharge plasma process is 20% faster than that of conventional glow discharge plasma. 4. The inner sample surface with a gap of 1mm can be hardened by new plasma nitriding. The results obtained were as-finished mirror finish with deep diffusion layer and a hardness of more than two times that of the untreated sample with narrow gap.

研究分野：表面改質

キーワード：プラズマ窒化処理 微小隙間 化合物層

1. 研究開始当初の背景

プラズマ窒化処理法とは、窒素プラズマを用いて金属の表面に窒化層を形成し硬化させる表面改質処理法の一種である。従来の窒化法はエネルギーの高い窒素イオンを主に用いて窒化するために化合物層が形成しやすく、また被処理物のエッジ部分にプラズマ中の窒素イオンが集中してしまう現象（以下エッジ効果）が発生し、エッジ部分の窒化層が厚くなるとともにエッジ部に微小な化合物層が形成する。このエッジ効果により、窒素イオンが隙間内面に侵入できず微小隙間内面の硬化は不可能であった。そこで本研究では新しく被処理物に正のバイアス電圧を印加することによって窒素イオンを抑制する方法を提案する。この方法では窒素イオンではなく電荷を持たない窒素原子などの窒素種によって窒化が行われる。すなわちこの方法では、隙間内面深くまで窒素原子を侵入させ、小型且つ複雑な形状の機械部品などを均一に硬化することが可能だと考えられる。

2. 研究の目的

本研究では、高周波および直流グロー放電を用いたプラズマ窒化処理法において、バイアス電圧が窒化層の形成に与える影響を明らかにした後、微小隙間内面における窒素の金属中への拡散について明らかにした。また、微小隙間内面に対して均一に硬化させることができる新しい処理法を構築する。

3. 研究の方法

本研究では、高周波および直流グロー放電を用いて工具鋼のプラズマ窒化処理を行った。

(1) 高周波プラズマを用いた窒化処理

プラズマ窒化においてガス流量、放電電力、および処理圧力といった窒化条件が窒化層に与える影響は大きい。そこで本研究ではガス流量が窒化層へ与える影響を明らかにした。プレート型のヒーターを設置し、窒化処理中は処理温度を一定とした。試料を陰極として使用せず、プラズマ生成機構から分離することで、単独の電位とする装置の開発をした。処理圧力を制御できるようにチャンバーと真空排気装置の間にゲートバルブを設置した。

本研究では熱間金型用合金工具鋼の SKD61 を試料として用いた。1300 で焼き入れした後、540 で3時間の焼き戻しを3回行った。形状寸法は 15mm、厚さ 2mm の円板状である。試料表面を研磨紙により粒度 240 番から 400 番 1000 番 2000 番の順に研磨し、さらに粒径 1 μ m のアルミナペーストで表面を鏡面仕上げをした。研磨した試料はアセトンで5分間超音波洗浄を行った後、真空チャンバー内でアルゴン洗浄をした。硬さは 580HV であった。実験条件は以下の通りである。処理圧力を 0.6Pa の一定とし、高周波の電力を 100W、処理温度を 500 とした。なお、Ar ガスを 0sccm、

2sccm、10sccm 流し、N₂ ガスを 5sccm、10sccm 流すことによって、N₂ ガス割合を 30%、80%、100%として実験を行った。処理後はすべてのガス、R.F. 電源を止め自然冷却を行った。窒化処理後の試料をマイクロピッカース硬さ試験機で表面硬度を測定した。触診式表面粗さ計を使い表面の粗さ曲線を計測し、表面写真により表面性状を観察した。

(2) 直流グロー放電によるプラズマ窒化処理

本実験では直径 20mm、厚さ 5mm の SKD61 を試験片として用いた。窒化処理前にアセトン中で超音波洗浄を行い、チャンバー内に試料を設置した。本研究の実験条件は、N₂ ガスを 10sccm、H₂ ガスを 8sccm チャンバー内に流入し、圧力を 200Pa とした。放電電圧を 500V とし、試料の周囲に設置したスクリーンに印加し、プラズマを生成させた。試料の電位をそれぞれ -20V、-10V、浮遊電位、0V、+10V、+20V として 6 時間窒化処理を施した。微小隙間を生成するために厚さ 1mm のスペーサーを試料 2 枚の間に挟み隙間 1mm のスリットを生成した。窒化処理後の試料をマイクロピッカース硬さ試験機で表面硬度を測定した。触診式表面粗さ計を使い表面の粗さ曲線を計測し、表面写真により表面性状を観察した。

4. 研究成果

(1) 高周波プラズマを用いた窒化処理

ガス量別の窒化処理後と窒化処理前の表面写真を図 1 に示す。なお、(a)未処理、(b)窒素量 30%、(c)窒素量 80%、(d)窒素量 100% である。未処理の表面と比べると、窒素量 30%、窒素量 100%は変色しており、未処理時の光輝性が失われていた。これはプラズマ密度が高いことに起因する。さらに RF プラズマにおけるセルフバイアス電圧を測定した結果、電極面積に比例してセルフバイアス電

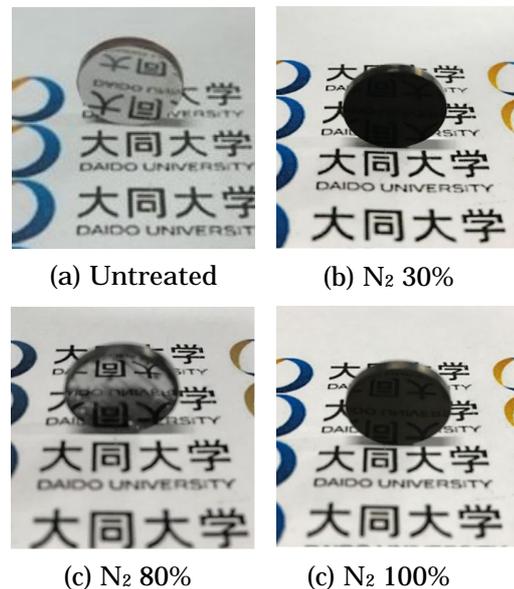


図 1 表面写真

する傾向が得られた。この結果から電極面積

圧が変化することが明らかとなった。このことにより電極面積を変化させることによりセルバイアス電圧の抑制をしたが、電極のスパッタリングを完全に防ぐことはできなかったことが考えられる。その結果、スパッタされた電極の原子やチャンパー内に付着していた原子が表面に成膜されたと考えられる。しかし、窒素量 80%は鏡面状態であり、文字が反射して見えた。これは、表面に成膜された黒い薄膜の密着力が低く、窒化処理後にこの膜が剥離したためと考えられる。

ガス量別の表面硬さを図 2 に示す。表面硬さは未処理の 580HV に対して 600~1000HV 程度まで増加した。窒素量 30%の時、硬さは 740HV であった。Ar の流入量が多量でプラズマ密度が高く、電極のスパッタリングが起きたことで、試料表面に電極の原子が蒸着し、窒素が固溶できなかったと考えられる。窒素量 100%の時、硬度は 680HV であった。Ar ガス 0%のとき、電離が起きにくくプラズマ密度が低いため窒化がしにくいことが考えられる。表面の硬さは窒素割合 80%の時、最も硬化し、未処理の硬度 580HV の 1.7 倍の 980HV であった。

窒化処理後の試料の粗さ曲線を図 3 に示す。未処理の試料は研磨後鏡面状態であったことから、算術平均粗さ R_a は 24nm であった。これに対して、(b)と(c)は未処理と粗さがほぼ

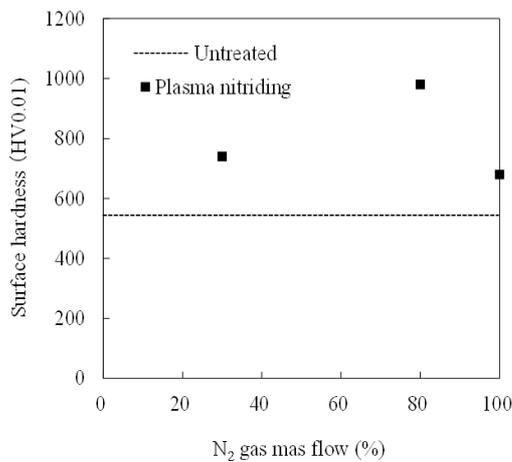


図 2 表面硬さ

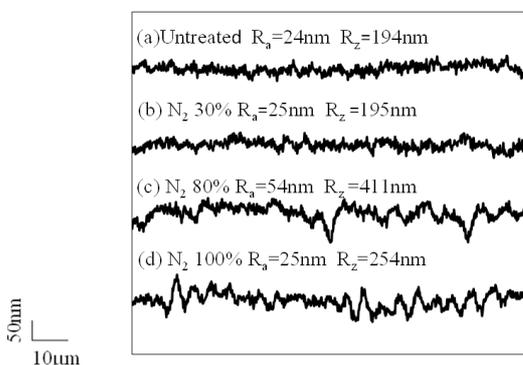


図 3 表面粗さ

とんど変わらなかった。最も算術平均粗さが高かったガス量は Ar2sccm, N₂10sccm(窒素量 80%)で R_a は 54nm であった。これは表面の膜が剥離したことによる影響であると考えられる。

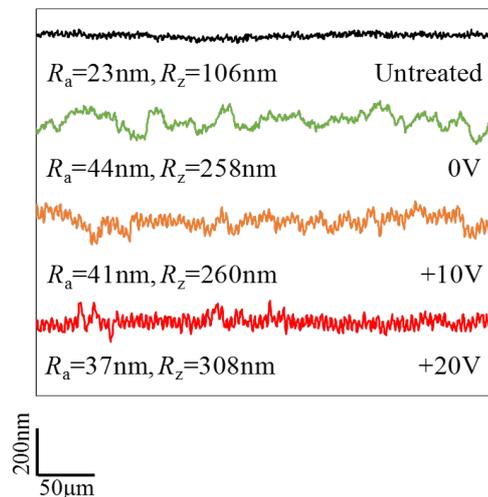
(2) 直流グロー放電によるプラズマ窒化処理

試料に印加したバイアス電圧別の窒化後の試料表面写真を図 4 に示す。なお、(a)未処理、(b)浮遊電位、(c)+10V、(d)+20V、(e)-10V、(f)-20V の条件での表面写真である。全ての窒化処理後の試料は黒色に変色しているが、文字が反射しており処理前の鏡面性状を保っている。変色しているのは、電極としているスクリーンのスパッタリングによるものであると考えられる。

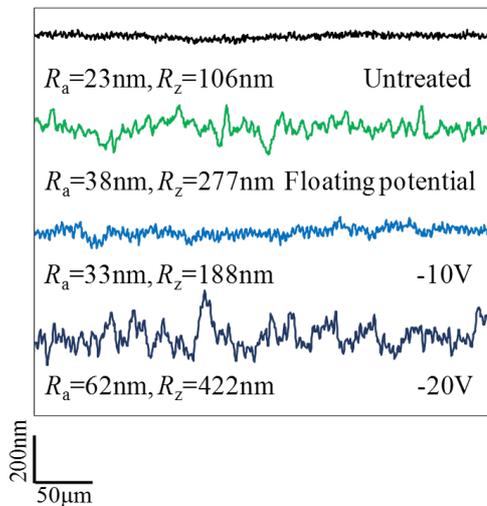
窒化後の試料の表面粗さ曲線を図 5 に示す。なお(a)は正バイアス電圧を印加した試料の表面粗さ曲線、(b)は負バイアス電圧を印加した試料の表面粗さ曲線である。正バイアス



図 4 表面写真



(a) 正バイアス電圧印加試料の表面粗さ



(b) 負バイアス電圧印加試料の表面粗さ
図 5 表面粗さ

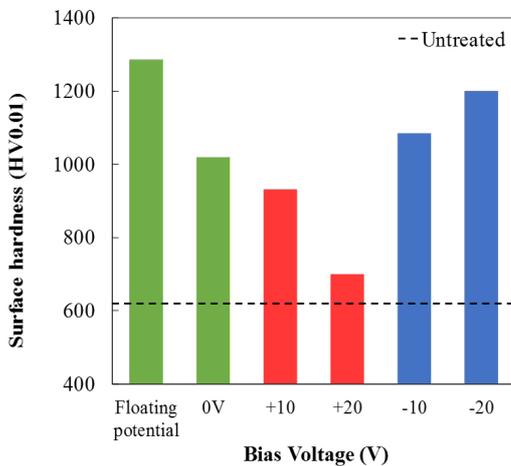
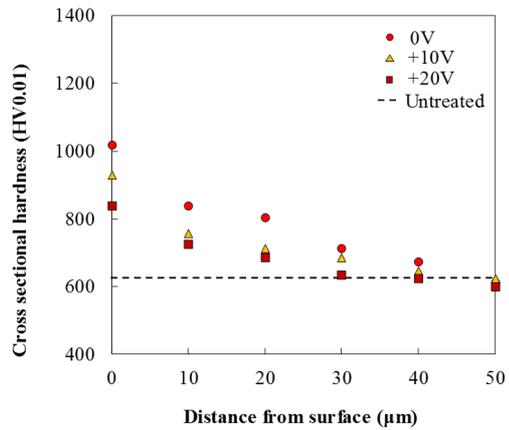


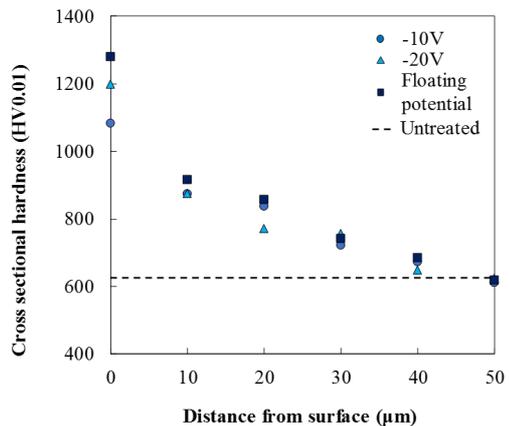
図 6 表面硬さ

電圧を印加した試料表面の表面粗さに大きな変化は見られなかった。これは、試料表面に化合物層が形成されていないため、また試料表面がほとんどスパッタされていないためであると考えられる。負バイアス電圧を印加した試料表面は-20V のとき、算術平均粗さ R_a が 62nm、最大高さ粗さ R_z が 422nm と高い数値が得られた。これは窒化されたことによるものであると考えられる。

窒化後の試料の表面硬さを図 6 に示す。すべての条件において試料表面の硬さの向上が見られた。浮遊電位の時、試料表面の硬さは未処理の硬さの 2 倍以上の 1300HV 程度であった。正のバイアス電圧を印加した結果、バイアス電圧の増加に比例して試料表面の硬さが減少する傾向が得られた。これは、正のバイアス電圧を印加することで、プラズマ中の窒素イオンが試料表面に入射されることを抑制したためであると考えられる。負のバイアス電圧を印加した結果、正のバイアス電圧とは逆にバイアス電圧の増加に比例して、試料表面の硬さが増加する傾向が得られ



(a) 正バイアス電圧印加試料の断面硬さ



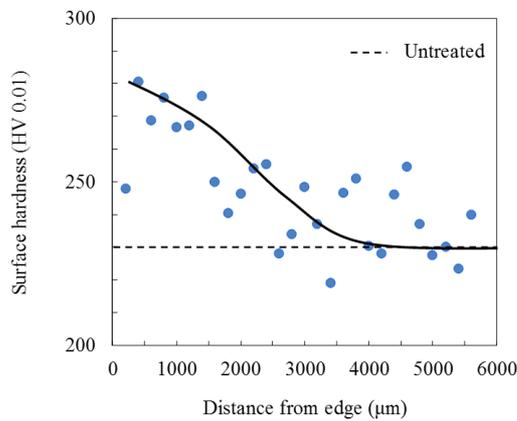
(b) 負バイアス電圧印加試料の断面硬さ

図 7 断面硬さ

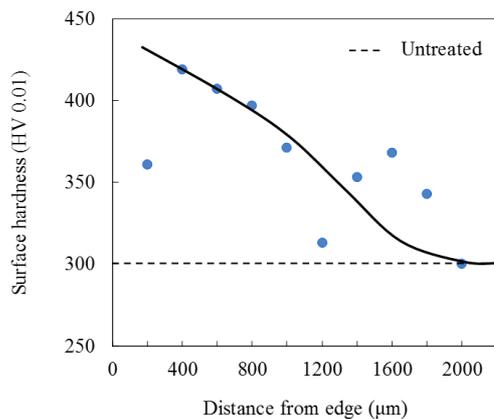
た。これは、プラズマ中の窒素イオンが試料表面に入射したためであると考えられる。

窒化後の試料の断面硬さを図 7 に示す。なお、(a)は正電圧を試料に印加した結果、(b)は負電圧を試料に印加した結果である。すべての窒化後の断面硬さは表面からの距離に比例して緩やかに硬さが減少する傾向が得られた。明確な析出フロントが得られないことから、すべての試料は拡散層のみで形成していると考えられる。硬化層深さは 20~40 μ m 程度であった。

スリット幅 1mm において各バイアス電圧を印加し、スリット内面を窒化した試料のスリット内面の表面硬さを図 8 に示す。横軸は試料のエッジからの距離（スリットの入り口）である。縦軸は 1mm のスリットを作成するために用いた 2 枚の試料間に設置したスペーサーを取り外し、スリット内面における表面硬さを測定した結果である。負バイアス電圧および、正バイアス電圧を印加して窒化を行ったどちらの試料もエッジから距離からの距離に比例して緩やかに表面硬さが減少した。これはスリット内面ではエッジ部に比べて入射する窒素イオンや窒素原子の量が少ないことに起因する。バイアス電圧-500V



(a) バイアス電圧-500V 印加試料



(b) バイアス電圧+20V 印加試料

図8 スリット内面における表面硬さ

では、エッジから 3mm 程度まで硬化していたのに対してバイアス電圧+20V では1.6mm 程度まで表面硬さが増加していた。これは、バイアス電圧-500V では窒素イオンの入射量が多いこと、またスパッタリングで試料が加熱されたこと、ホローカソード効果によりスリット内面のプラズマ密度が増加したことが考えられる。

今後の課題は、スリット内面のプラズマ密度をより増加させることおよび、エッジ効果の具体的な影響を明らかにすることとし、スリット内面のプラズマ診断、エッジ部の窒化層の分析を行う計画である。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計 0 件)

[学会発表](計 9 件)

城所裕真, 宮本潤示, RF プラズマによる新しい窒化処理法の開発, サステイナブルトライポロジー会議 2016 奄美大島, 2016 年, 鹿児島
 城所裕真, 宮本潤示, 工具鋼の RF プラズ

マ窒化における Ar・N₂ ガス量が鋼表面に及ぼす影響, 日本熱処理技術協会中部支部第 7 回講演大会, 2017, 愛知

宮本潤示, プラズマを用いた表面処理と滅菌処理の取り組み, 日本熱処理技術協会中部支部平成 29 年度支部年次大会・講演会, 2017, 愛知

宮本潤示, 高周波プラズマを用いた工具鋼における窒化処理法の開発, 日本鉄鋼協会第 174 回秋季講演大会, 2017, 北海道

田中隆太郎, 宮本潤示, 工具鋼のプラズマ窒化における表面性状に関する研究, 日本トライポロジー学会第 8 回トライポロジー秋の学校, 2017, 愛知

西尾将裕, 南部紘一郎, 宮本潤示, 奥宮正洋, 窒化多段ピーニングによる金型用鋼 SKD11 の表面特性改善, 日本熱処理技術協会第 8 回中部支部講演会, 2018, 愛知

山根和也, 横井佑太, 宮本潤示, プラズマ窒化処理における正バイアス電圧に関する研究, 日本熱処理技術協会第 8 回中部支部講演会, 2018, 愛知

田中隆太郎, 宮本潤示, 工具鋼のプラズマ窒化におけるバイアス電圧が窒化処理層の形成に与える影響, 日本熱処理技術協会第 8 回中部支部講演会, 2018, 愛知
 Ryutaro TANAKA, Junji MIYAMOTO, Bright Nitriding of Tool steels by High Electron Density Plasma, 7th International Conference on Fracture Fatigue and Wear FFW 2018, Ghent, Belgium

[図書](計 0 件)

[産業財産権]

出願状況(計 0 件)

取得状況(計 0 件)

[その他]

ホームページ等

<http://www.daido-it.ac.jp/~j-miya/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

宮本 潤示 (MIYAMOTO Junji)

大同大学・工学部・講師

研究者番号: 50713046