研究速報

ホローカソード放電による金属焼結材のプラズマ窒化

金子 忠夫^{☆1}, 桜井美恵子^{☆1}入戸野 修^{☆2}, 清水 浩^{☆3}^{☆1} 群馬工業高等専門学校, 〒371 前橋市鳥羽町580.^{☆2} 東京工業大学, 〒152 目黒区大岡山2-12-1.^{☆3} ポーライト㈱, 〒360-02 埼玉県大里郡妻沼町350.

Plasma-Nitriding of Sintered Metallic Parts by Hollow-cathode Discharge Plasma

Tadao Kaneko ^{☆1}, Mieko Sakurai^{☆1}Osamu Nittono^{☆2} and Hiroshi Shimizu^{☆3}^{☆1} Gunma College of Technology, Maebashi 371.^{☆2} Tokyo Institute of Technology, Meguro-ku, Tokyo 152.^{☆3} Porite Corporation, Menuuma-machi Osato-gun, Saitama 360-02.

Received June 6, 1994

An apparatus was constructed to nitrify small metallic sintered parts by using a hollow-cathode discharge plasma method. A stainless steel basket, which contains a sintered part to be nitrified, is potentially grounded and serves as hollow-cathode electrode. Hollow-cathode plasma was produced by supplying the positive voltage to the anode. In this study sintered carbon iron and stainless steel were used as testing specimens. It was shown that an effective nitrifying took place by controlling the total pressure of nitrogen and hydrogen gas and applied voltage.

1 はじめに

機械部品の表面硬化法のひとつに窒化法がある。窒化法は疲労強度の向上にきわめて有効であり、ガス窒化、プラズマ窒化などが行われている。プラズマ窒化法は、窒素ガスを含む低圧の雰囲気中で被処理品を陰極としてグロー放電を発生させて窒化する方法である^{1), 2)}。ガス窒化法よりも短時間で処理されるなどの利点があるが小物の焼結部品に適用されるまでには至っていない。その理由は、焼結品においてはより安価に窒化処理できることが要求されるからである。そこで筆者らは、プラズマ窒化のより効率的な処理方法を検討するため以下の2点に着目した。(1)一般にプラズマ窒化処理では陽極を炉壁とし陰極に負電圧を印加してグロー放電を発生させて

いるが、被処理品は陰極上におかれるので、被処理品の搬送装置を電氣的に絶縁する必要があり装置構造が複雑となる。(2)補助の陰極を用いてホローカソード放電を発生させ、処理時間を短縮できるとする報告³⁾がある。本研究ではこれらの点をふまえて、小物の焼結品の搬送が容易であり、しかも窒化処理を迅速に行うための装置を開発するため、実験用プラズマ窒化装置を試作し予備実験を行った。試作装置の主な特徴は、陽極に正電圧を印加し、接地したステンレス製円筒内にホローカソード放電を発生させて窒化する構造としたことである。

2 実験方法

2. 1 装置の構成

試作装置は、Fig. 1の(a)に示すように、リング状の陽極と、その下部に設置したホローカソード放電の陰極として作用するステンレス製円筒から構成した。被処理品は、このステンレス製円筒内に置く。ステンレス製円筒は鉄線で吊り下げ、装置本体とは電氣的に絶縁したが装置外で接地した。本実験では内径の異なる2種類のステンレス製円筒について調べた。実験に使用したステンレス製円筒形状および寸法をFig. 1の(b)に示す。ステンレス製円筒底部には、ガスの流れを考慮して直径6mmの穴を設けた。また、直径1mm、深さ2mmの穴をあけ温度測定のためのCA熱電対を取付けた。装置の周囲には円筒中心軸方向に磁場を発生させるための電磁コイルを巻いた。

2. 2 放電の観察(実験1)

ステンレス製円筒内径とガス圧の間の条件が適切であると、ホローカソード放電がステンレス製円筒内部で発生する⁴⁾。ホローカソード放電が発生した場合には、ホロー電極内部で極めて強い発光が生じる。そこで、ホローカソード放電の発生を確認するため2種類のステンレス製円筒について、被処理品を入れない状態で内部の発光の様子を直接観察し、さらに、放電時の圧力を変えた場合の放電電流の変化を測定した。さらに、内径24mmのステンレス製円筒に焼結歯車(下記の供試材(1))を入れ、放電時におけるステンレス製円筒および焼結歯車の温度と、放電電圧、電磁コイル電流との関係を調べた。歯車の温度測定は、歯車の側面に穴をあけCA熱電対を埋め込んで行った。

2. 3 供試材

小物焼結部品のためのプラズマ窒化法の開発をねらいとしたので、供試材として窒化用鋼ではなく次の2種類の焼結部品を用いた。

(1)焼結歯車(材質: JIS Z2550機械構造部品用焼結材料SMF3, ピッチ円直径: 10.5mm, 歯数: 15枚)

(2)焼結ステンレス鋼円筒部品(材質: SUS304L相当, 寸法: 内径3mm, 外径11mm, 厚さ4.3mm)

これらは成形後、(1)では N_2 および H_2 ガス、(2)では NH_3 を雰囲気ガスを用いて焼結したものである。プラズマ窒化の際には特別な前処理を行わなかった。

2. 4 プラズマ窒化処理

手順およびプラズマ窒化処理条件を以下に示す。

- 1)内径24mmのステンレス鋼円筒の内部に被処理品を置いた(ステンレス鋼円筒は被処理品を入れるバケットの役割を果たすので以下ではバケットと称する)。
- 2)装置内をロータリポンプで1.3Paに減圧した後、 H_2 ガスを39Paまで流量調節バルブにより導入した。
- 3) N_2 ガスを装置内圧力が104Paになるまで導入し、この一定圧でフローさせた。
- 4)陽極に480Vを印加し、ホローカソード放電を発生させた(窒化がより進むよう実験1で測定した範囲よりも電圧を上げた)。
- 5)電磁コイルには4A通電した(この条件下では放電電流は160mAであり、磁場を発生させない場合よりも60mA増加している。バケット付近の磁場を別途測定したところ、 $2.8 \times 10^{-2} T$ であった)。
- 6)窒化処理時間は、いずれも3時間とした。バケットの温度は約780Kであった。

Dimensions (mm)		①	②	③	④	⑤
Basket A		24	30	32	40	6
Basket B		16	22	32	40	6

Fig.1 Plasma nitriding apparatus, sketch diagram (a) and stainless steel baskets(b).

7) 処理後は、ガスフローをやめて装置内をロータリポンプで真空引きしたまま放置して徐冷した。

2. 5 硬さ測定と組織観察 (実験2)

窒化の状態を調べるため、マイクロビッカース硬さ測定を行った。供試材をサンドペーパーで1mmほど研削したのち供試材端面から同一深さの位置で硬さを10回測定し、平均値をその場所の硬さとした。また、化合物層の確認と窒化層の深さ分布を調べるため顕微鏡組織観察を行った。腐食には、歯車では5%Nital液を、焼結ステンレス鋼円筒部品では、王水+塩化第一銅飽和溶液を用いた。

3 実験結果および考察

3. 1 ホローカソード放電の発生

内径24mmのステンレス製円筒バケットを設置し、N₂ガスのみを133Paまで導入した後、陽極に400V印加すると、バケット内部で窒素ガス特有の桃色をした強い発光が見られた。バケット外周にも発光が認められたが、その発光強度は弱いものであった。装置の外周に巻いた電磁コイルの電流を増加させると、バケット外周の発光強度は増加した。バケット内部では発光強度の変化は確認されなかった。次に装置内のN₂ガス圧を徐々に増加させ、ふたたび減少させた場合の放電電流の変化を調べた。結果をFig. 2に示す。8Pa付近で放電電流の急激な増加傾向がみられ、それよりやや圧力が高くなっても増加しない傾向がみられた。これらの傾向は内径16mmのバケットでも同様に観察された。これらの結果はグロー放電のみの場合と様子が異なる。そこで、ガス圧がおよそ10Paより高い場合にはバケット内部でホローカソード放電が起こり、バケット外周ではグロー放電が起こ

Fig. 2 Discharge current as a function of total gas pressure.

ると結論した。

3. 2 バケットと被処理品の温度

放電時におけるバケットおよび焼結歯車の温度と、放電電圧、電磁コイル電流との関係を調べた結果をFig. 3に示す。放電電圧を増加させるとバケットおよび歯車の温度はともに増加し、歯車の温度はバケットの温度よりもいずれの場合も100K程度高かった。また、電磁コイルに4A通電した場合には、焼結歯車の温度上昇が著しく、窒化処理に必要な770K程度にできることがわかった。バケットは、向かい合った壁面の存在によって内部の輻射損失を減らす効果があると考えられる。そこで、バケット外周に発生しているグロー放電が磁場によって強められ、バケットをより高温まで加熱するため被処理品の温度が上昇したと考えられる。

Fig. 3 Variations of temperature for the sintered parts of carbon iron (solid line) and for the basket (dotted line). ○:coil current 0A, ●:coil current 4A

3. 3 窒化層の検討

窒化処理後の焼結材の表面は、焼結歯車および焼結ステンレス鋼円筒部品とも窒化処理特有の灰色をしていた。焼結歯車の硬さ測定結果をFig. 4に示す。表面から0.5mm付近まで硬さの上昇が認められた。炭素鋼粉の焼結品であるので窒素の固溶強化による硬さの上昇と考えられる⁵⁾。顕微鏡組織観察から、Photo 1に示すように4μm程度の厚さの層が確認された。未処理品ではこのような層はまったく認められなかった。そこで、この層を化合物層と判断した。化合物層は、窒化処理において通常最表面に存在する数μmの層であり、その下の拡散層においても母材より硬い。これらのことから、焼結歯車は窒化されたと結論した。焼結ステンレス鋼円筒では表面から

0.1mmほどの深さでHv250程度の硬さであり, 未処理品と大差なかった。そこで, 最表面から0.01mmの位置でヌープ硬さ測定を行った。この際, 圧子の長手方向を円筒表面に平行にした。10回の平均値でHk 815が得られた。中心部では約Hk310であったことから硬さの上昇が確認できた。顕微鏡組織観察からは, Photo 2に示すように $2\mu\text{m}$ 程度の厚さの化合物層あるいは窒化層と考えられる層が観察された。焼結歯車の場合と比べごく最表面付近しか窒化されていないと推定されるが, 窒化深さは合金元素によって変わり, 被処理品がクロムを含む場合には浅くなる^{5), 6)}という報告と矛盾しない。以上の結果から, 焼結ステンレス鋼部品でも長時間処理すれば窒化可能であると考えられる。焼結品の表面は薄い酸化物層で覆われており, 窒素の浸入の妨げとなる。特にステンレス鋼の場合には表面が酸化クロムの被膜で覆われているので窒化しにくいと推測される。試みに焼結ステンレス鋼円筒をバケット内に置き, 水素ガスのみで放電させ20分間処理したところ, 円筒表面はきれいな金属光沢を呈し, 焼結したままの表面状態とは著しく異なっていた。このことから, プラズマ窒化に際し水素ガスを混合することで表面の酸化物層が有効に還元除去されたと考えられる。

Fig. 4 Hardness distribution curves of the sintered parts of carbon iron, as sintered (●) and nitrided (○).

4 まとめ

陽極に正電圧を印加し, 接地したステンレス製円筒内にホローカソード放電を発生させることによって焼結品の窒化処理ができた。焼結部品の前処理は必要でなかった。焼結品は接地電位にもかかわらず

Photo. 1 Microstructure of the sintered parts of carbon iron after nitriding.

Photo. 2 Microstructure of the sintered parts of stainless steel after nitriding.

陰極上におかれたことになり, 電氣的に負電位とする必要はなかった。したがって, 窒化炉壁と陰極および被処理品の搬送装置をすべて接地電位とした装置構成が可能である。

文 献

- 1) 曾根匠, 山中久彦: 日本金属学会誌, 40(1976) 908-914.
- 2) 明石和夫: 金属表面技術, 39(1988)354-374.
- 3) 松田福久, 中田一博, 眞喜志隆: 溶接学会全国大会講演概要集, 39(1989)138-139.
- 4) 電気学会放電ハンドブック出版委員会編: 放電ハンドブック改訂新版, (1974)133
- 5) 高瀬孝夫, 中村康彦, 住友 誠, 喜多 清, 芋野兵衛: 日本金属学会誌 40(1976)663-669.
- 6) 高瀬孝夫, 浅村 均, 山中久彦: 鉄と鋼, 40(1967)773-775.