

アルミ合金自動車部品耐久性向上のための 高密度プラズマ窒化技術開発 (第3報)

河西 伸一・木島 一広・清水 章良・宮川 和幸・早川 亮
杉田 良雄^{*1}・長谷川 均^{*1}・関谷 英治^{*1}・中込 章公^{*1}
相澤 龍彦^{*2}

Development of the High-Density Plasma Nitridation Process for Durability Improvement of Aluminum Alloy Automotive Parts (3rd Report)

Shin'ichi KASAI, Kazuhiro KIJIMA, Akio SHIMIZU, Wako MIYAGAWA, Ryo HAYAKAWA,
Yoshio SUGITA^{*1}, Hitoshi HASEGAWA^{*1}, Eiji SEKIYA^{*1}, Akimasa NAKAGOMI^{*1}
and Tatsuhiko AIZAWA^{*2}

要 約

短時間でアルミ合金の高強度化、耐久性向上を実現するための高密度プラズマ窒化技術の確立を目指し、ガス種や圧力など様々な条件下においても瞬時にプラズマの発生を可能とする、自己整合特性を有したプラズマ装置の開発、および、DC（直流）バイアスなどによる効率的なプラズマ制御を可能とするプラズマ窒化処理方法についての検討を行った。平成 23 年度は、各種のアルミ素材や、鉄系素材について各種条件化により窒化処理を試みた。その結果、本装置により SKD11,SKD61 について十分な窒化処理が確認できた。また、アルミ素材においては、A2000 級でアルミ窒化を確認できた。

1. 緒 言

二酸化炭素による温暖化の影響が懸念されている昨今、自動車の軽量化は省エネルギーおよびエミッション低減対策の一つとして、解決すべき重要な課題となっている。

具体的な解決策の一つとして、使用部材の軽量化が挙げられ、各種のアルミニウム合金は、これらの有力な候補として注目されている。しかし、従来から用いられている鉄鋼材料部品と比較して、アルミニウム合金部品は強度、耐久性不足が問題となっている。耐久性に関しては、ケイ素を添加することにより高硬度化を図ることで、耐久性を向上させることが一般的に行われているが、強度や靱性との兼ね合いが問題となるため、それに変わる手法が求められている。その一つとして、表面処理や熱処理などの手法により、表面硬度を向上させる手法の確立が注目されている。中でも、窒化による耐久性の向上は、鉄鋼材料には多く利用され、ガス窒化、塩浴窒化等の手法が用いられている。しかし、アルミニウムおよび

その合金については、表面に処理の適用が困難となる。このような場合、プラズマ窒化が用いられる。プラズマ窒化は、イオン化された原子・分子によるスパッタリング効果、および試料表面に対する加速効果などにより、不動態を形成するステンレスやアルミニウム合金などに対しても適用することが可能とされている。

既存のプラズマ窒化では、DC（直流）プラズマを使用したものが主に用いられているが、これらにより生成したプラズマで、プレスパッターを行った後においても、アルミニウム合金表面には、酸化膜が残留しており、実際に窒化層の形成が開始されるまでには 10 時間程度の時間を要することが報告¹⁾されている。また、表面に形成した窒化層中の窒素拡散係数の低さから、窒化層形成が律速され、結果として窒化層形成に 70 時間程度の長時間処理が必要となることも問題となる。^{1,2)}

平成 23 年度は、前年度までに開発した、自己整合特性を有する小型高出力自励発振電源を応用した高周波プラズマ装置を用いて、実用的な窒化処理を目指し研究を行い、鉄鋼材を用いた装置の窒化能の検討、およびアルミ素材における窒化の検討を行ったので報告する。

*1 ワイエス電子工業株式会社

*2 芝浦工業大学

2. 自己整合特性を有する 高周波プラズマ発生装置

高周波放電によるプラズマ発生では、電源側からプラズマ負荷を見たときのインピーダンスに含まれるリアクタンス成分により、高周波電源－プラズマ負荷間に反射波が生じ効率の低下や電源の損傷を引き起こすことが問題となる。これらを防ぐにはインピーダンス整合を行う必要がある。高周波プラズマ装置の大半は、インピーダンス整合をとるために、可変コンデンサとコイルによって負荷リアクタンスを相殺することのできるインピーダンス整合器を用いる。この方法では、可変コンデンサの同調に機械的動作を伴うため、整合をとるためには数秒オーダーの時間を要する。また、電源出力が高出力になると、整合器に用いるコイルやコンデンサは、耐圧をとるために大型のものが必要となり、その結果、装置の大型化や高コスト化が問題となる。

そこで本研究では、ワイエス電子工業㈱で開発した小型自励発振電源を用いたプラズマ発生装置を使用した。自励発振器はプラズマ負荷を含めた全体の系の状態で発振条件が決定する。今回使用している自励発振電源は、MOS形電界効果トランジスタを用いて2MHz帯の発振を可能としており、小型化されているのが特徴である。発振器が小型化することによって、電源と真空チェンバとの一体化が可能となり、省スペース化が図られている。また、チェンバと一体となることで、電磁遮蔽がしやすくなることも特徴となっている。装置の外観を図1に、チェンバ内部の概略図を図2に示す。

本研究で使用したものは、図2のとおり双極子電極を採用しており、給電に関しても平衡給電を採用している。このような電極の構成では、電極間に自己バイアスが印加されないため、独立したDCバイアス機構を付加してある。このことにより、高周波(RF)給電とは独立した直流バイアス制御を可能としている。



図1 高周波プラズマ発生装置の外観

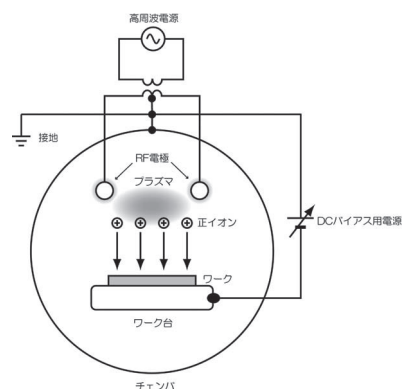


図2 チェンバ内部の概略図

3. 双極子プラズマ装置の 窒化性能検証

開発した双極子プラズマ装置において、窒化処理が可能であるか、鉄系 (SKD11,SKD61) 素材にて検証を行った。

3-1 SKD11材の窒化処理

次の条件で本装置を用いて、SKD11材に窒化処理を行った。

<処理条件>

材 料 ; SKD11

加熱温度 ; 480°C

気 圧 ; 200Pa

導入気体 ; H₂ : N₂ = 30 : 70 ccm

処理時間 ; 2H

処理後の表面をXRDで解析した結果を図3に示す。また、マイクロビッカースで表面からの浸透硬さを計測した結果を図4に、断面組織観察写真を図5に示す。

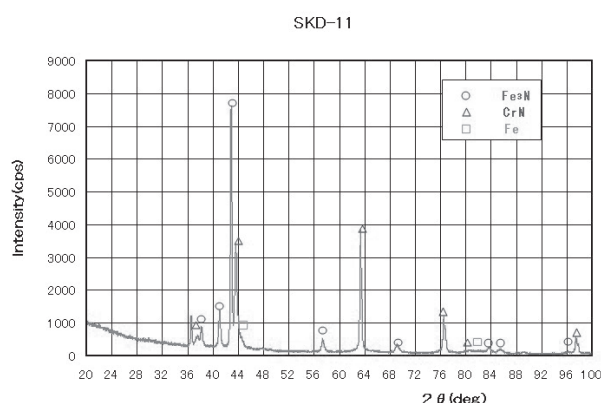


図3 XRDによる表面分析結果

図3より、窒化処理表面に、窒化物であるFe₃Nのピーク (38°,41°,43°,57°,68°,77°,83°,85°,89°,96°), CrNのピーク (37°,44°,63°,76°,80°,98°) が確認できた。

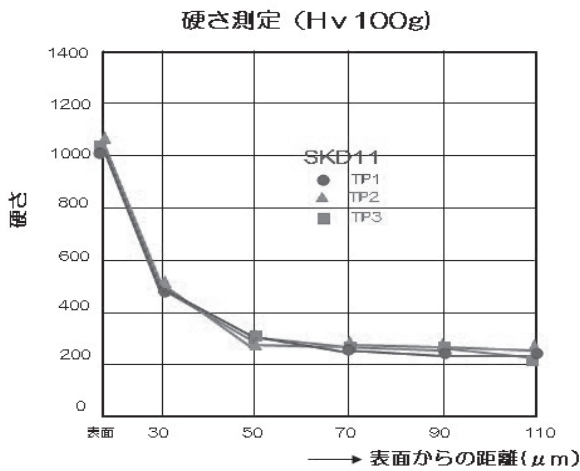


図4 浸透深さ-硬さ

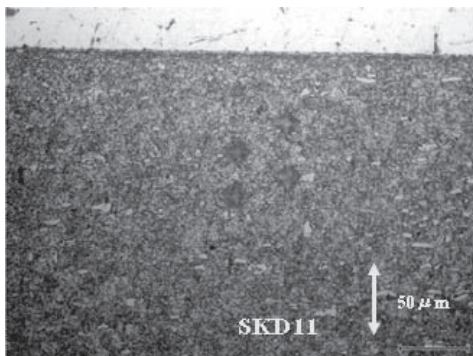


図5 断面観察写真

図4より、表面から30μmまで窒化による拡散層があることが分かった。また表面では、1,000Hv、30μmでは、500Hv程度の硬さを示している。その様子は図5の断面写真でも明らかである。

3-2 SKD61材の窒化処理

次の条件で本装置を用いて、SKD11材に窒化処理を行った。

<処理条件>

- 材 料 ; SKD16 (大同特殊鋼株)
- 加熱温度 ; 500℃
- 気 圧 ; 80Pa
- 導入気体 ; H₂ : N₂ = 30 : 70 ccm
- 処理時間 ; 2H, 4H

この条件で窒化処理を行ったものを図6に示す、また、マイクロビッカーズで表面からの浸透硬さを計測した結果を図7に、断面観察した写真を図8に示す。

処理時間2時間においても、40μm程度の硬化層が得られていることがわかる。4時間の処理時間ではさらに硬さが上昇していることが確認される。このことより、本方式を鉄鋼の窒化に適用することで、処理時間の大幅な短縮が図られることが期待される。

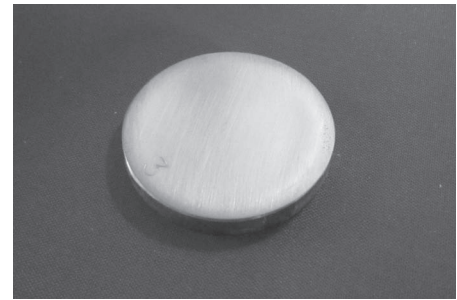


図6 SKD61の窒化処理品

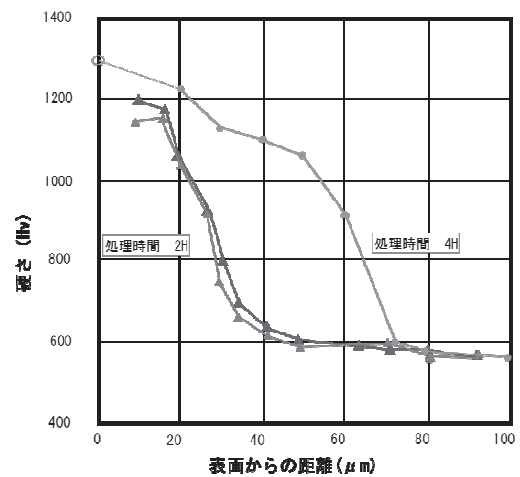


図7 硬さの分布の比較

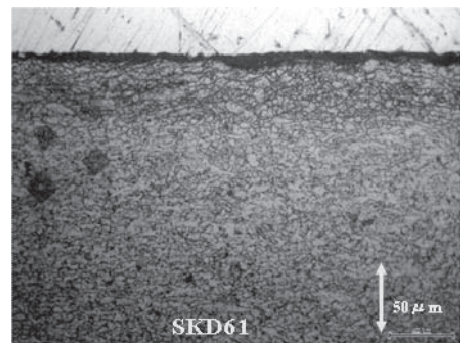


図8 断面観察写真

4. アルミ合金部品の窒化

アルミ合金の窒化に向けて、A2011材、A2014材を用いた窒化実験を行った。

本実験で用いた標準的なプラズマ窒化プロセス条件を、表1にまとめる。

表1 代表的なプラズマ窒化プロセス条件

プロセスパラメータ	パラメータ条件
プレスパターン	窒素ガスのみ；1800秒； 30Pa
保持温度	450℃（723K）
プラズマ条件	RF（250V）；DC（350V）
プラズマ圧力	75 Pa
プラズマ時間	4時間
水素 - 窒素流量比	20 ml/min - 100 ml/min

プラズマ窒化プロセス後の A2011 材部品の外観を図 9 に示す。併せて同サンプルを高解像の光学顕微鏡で、図 9 の中心部を観察した結果を図 10 に示す。表面の一部に、アルミ残存はしているが、ほぼ黒色の窒化層に覆われており、窒化層の生成がうかがえる。さらに、SEM を用いて、黒色部位の組織を見ると、図 11 に示すように、アルミ合金の組織は全く観察されず、プラズマ窒化による反応相と考えられる層によって、表面がすべておおわれていることが確認された。



図9 プラズマ窒化した A2011 材部品

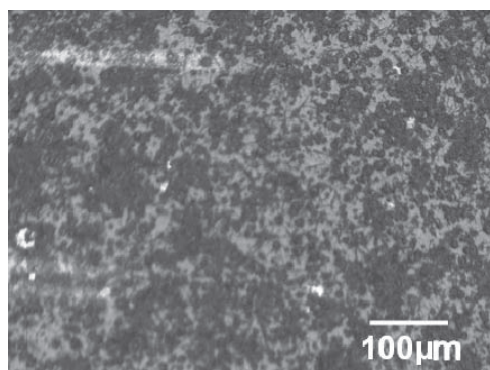


図10 A2011 材部品の窒化層の光学顕微鏡像

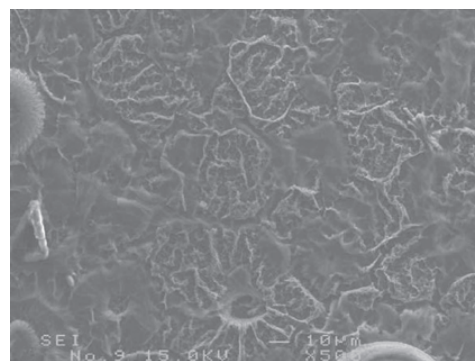


図11 A2011 材部品の窒化層の SEM 像

力学特性評価試験として、マイクロビッカース試験装置を用い、測定荷重を変化させたマイクロ硬さ試験を行った。

1回の荷重でのマイクロビッカース測定では、5か所の測定を行い、その単純平均値を測定硬さとしている。10gでのマイクロビッカース硬さは、約800Hvであり、A2011材の標準硬さ120Hvと比較してきわめて高い硬度となっている。これは、表面を窒化アルミ相で被覆されているために、母相硬さの影響を受けてもなおきわめて高い硬度を保持していると考えられる。特に、前述のゼロ荷重硬さで考えると1000Hvを超えており、AINの標準硬さである1400Hvより低いものの、窒化層としては十分な硬度を有していると考えられる。また、荷重を増加しても、マイクロビッカース硬さは急激には減少せず、50g負荷においてもなお、400Hvの硬さを示すことから、十分な厚みを保持していることがわかる。

応用製品として図12にプラズマ窒化したA2014材のヒートシンク部品を示す。このヒートシンク部品は、約50×50mmの電子部品用ヒートシンクであり、図中のアルミフィンおよびフィン間底面も含めて、一様にプラズマ窒化していることがわかる。窒化実験では、裏面をDCプレートに設置しているため、裏面はアルミ合金の金属光沢のままである。



図12 プラズマ窒化した A2014 材ヒートシンク

5. 結 言

本報では、前報で開発を報告した、自己整合特性を有する高周波プラズマ発生装置を用いて、アルミの窒化について研究を進めた。

(1) 本開発した装置の窒化処理の有効性を確認する為に鉄系材料への窒化処理

(2) Mgを含まないアルミ材への窒化処理

その結果、SKD11、SKD61素材については、現状の窒化処理装置と同等以上の処理が可能であることが分かった。また、NHラジカルを分光分析により分析した結果、既存に言われているガス比率と異なる比率で、窒化処理を行うことにより短時間で窒化処理が可能であることが分かった。また、アルミ材の窒化処理については、アルミ合金中のMgが窒化処理を阻害する働きがあることが分かり、Mgを含まないA2011材への処理により、表面にAINの生成が確認できた。

このことから、本装置を用いてアルミ合金自動車部品耐久性向上のための窒化処理が可能であることが分かった。

参考文献

- 1) 河西 伸一，他：山梨県工業技術センター研究報告，No.25，p. 6-12 (2011)
- 2) 河野 裕，他：山梨県工業技術センター研究報告，No.24，p. 68-72 (2010)
- 3) プラズマ・核融合学会編：プラズマ診断の基礎と応用，(コロナ社，2006)
- 4) 玉置，他：粉体および粉末冶金，44-7，p. 712-715 (1997)
- 5) 山田，他：真空，48-3，p. 241-243 (2005)
- 6) 日本化学会編：化学便覧
- 7) P. Visuttipitukul, T. Aizawa : Mater. Trans. 44 (7) p.1412-1418 (2003)