

技術ノート

プラズマイオン注入装置による鉄鋼材料への窒素イオン注入

内田 聡^{*1)}, 森河和雄^{*1)}, 仁平宣弘^{*2)}, 三尾 淳^{*3)}

Nitrogen ion implantation for steels with a plasma ion implantation apparatus

Satoshi UCHIDA, Kazuo MORIKAWA, Nobuhiro NIHIRA and Atsushi MITSUO

1. はじめに

金型や工具あるいは自動車部品など、金属製品の耐久性や性能向上の目的で、様々な表面処理技術が開発されている。

イオン注入法は、1960～70年代にまず半導体製造工程の不純物元素ドーピング技術として確立された。その後この技術を、機械部品や金属製品の表面改質に応用するための技術開発が進められ、近年注目されているのがプラズマイオン注入法である^{1,2)}。プラズマイオン注入法は、パルス状高周波プラズマと高電圧パルスを交互に印加することで、製品表面から元素を添加する方法である。

従来のビームライン型イオン注入装置では、直線状の加速器を用いることで、高加速のイオンが得られ、製品表面からより深いところにイオンを注入することが可能であった。しかし、この方式では、イオンビームに対向する製品表面の処理は出来ても、裏側や、三次元立体形状を持つ製品の処理は不可能であった。

一方、プラズマイオン注入装置では、処理品の周辺にプラズマを発生させることで、製品の裏側であるとか、立体形状の影響を受けることなく処理が可能であることが特徴である。

プラズマイオン注入処理では、短時間に、より多くのイオンを発生・注入処理が出来る反面、多量のイオンの衝突などにより、処理中の製品温度が上昇することが考えられる。しかし、プラズマイオン注入処理中の試料温度（基板温度）は、印加される高周波プラズマや高電圧のため、計測装置による測定は困難である。そこで、本実験では、工具鋼の焼戻し硬さが焼戻し温度に敏感であることを利用して、工具鋼の焼戻し硬さから基板温度の推定を試みた。

実験に用いたプラズマイオン注入装置は、平成13年度補正予算・経済産業省地域新生コンソーシアム研究開発事業で試作したものである。

2. 実験方法

試験片は、冷間圧延鋼板（JIS：SPCC材）を用いた。ガスボンベから供給される窒素ガスを用いて、窒素イオン注入処理を行った。

窒素イオン注入処理における条件は、窒素イオン生成のためのプラズマ電源出力は一定とし、注入イオンの加速電圧を10～25kVの間で変化させた場合と、窒素ガスを導入したチャンバーの真空度（窒素ガス圧）を0.05～0.5Paの間で変化した場合について検討した。

処理中の基板温度は、工具鋼の焼戻し温度－焼戻し硬さ曲線を用いて、測定した。試験片と同じ処理ステージに、焼入れした工具鋼（JIS：SK105）を取り付けた。この工具鋼は、試験片の処理によって、試験片と同じ温度に加熱される。このときの最高温度によって、工具鋼は焼戻しされ、焼戻し硬さが決定される。処理ステージに取り付けられた工具鋼の硬さを測定することで、焼戻し温度－焼戻し硬さ曲線から、処理中の基板温度を把握することが出来る。

窒素イオンを注入した試験片は、X線回折測定を行って、鉄窒化物の生成を確認した。窒素の鋼中における分布は、グロー放電発光分光分析装置（GDS）を用いて分析した。

3. 結果と考察

図1にプラズマイオン注入処理における処理条件と基板温度の関係を示す。加速電圧が高くなるほど、基板温度は上昇する。また、加速電圧を一定にしたとき、窒素ガス圧が高くなるほど基板温度が上昇することがわかった。ガス圧が低く、加速電圧も低い条件では、プラズマが不安定となり、処理は出来なくなった。また、ガス圧が高く、加速電圧も高くすると、異常放電を起こして処理が出来なくなった。

図2は、窒素イオン注入処理した基板（JIS：SPCC材）のX線回折測定結果である。基板の α -Feによる回折ピークの他に、 Fe_4N と Fe_3N による回折ピークが観察された。窒素イオン注入処理によって、窒化鉄の生成が確認された。図2の測定試料は、そのときの工具鋼の焼戻し硬さから、

*1) 加工技術グループ

*2) 元都立産業技術研究所

*3) 東京都産業労働局商工部

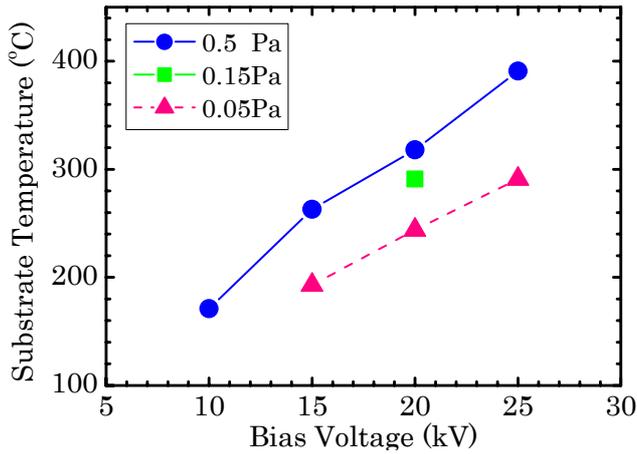


図1 加速電圧と基板温度の関係

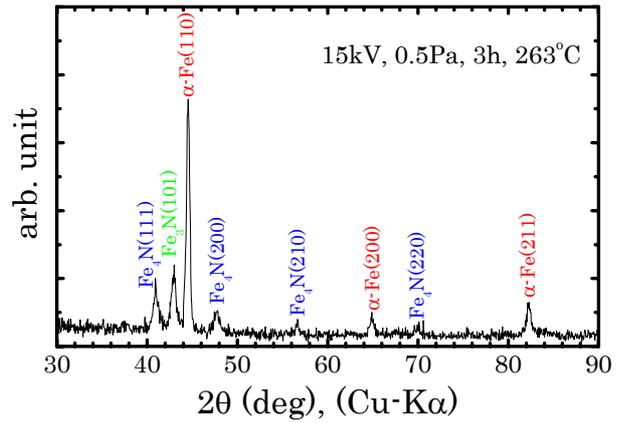


図2 X線回折測定チャート

処理中の温度は、263°Cと推定された。これは通常の窒化処理に比べてはるかに低い温度で窒化物が生成していることを示している。

図3は、加速電圧を一定とし、窒素ガス圧を変化したときの、基板の深さ方向に対する窒素の分布を示したものである。最大濃度を示す基板表面からの深さは、いずれの窒素ガス圧の条件でもほぼ0.12μmのところではなかった。窒素の深さ方向の分布は、窒素ガス圧の高い条件ほど、内部への分布が大きくなった。

図1の基板温度との関係から、窒素ガス圧の高い条件ほど基板温度は上昇していることがわかっている。また、一般に鋼中の窒素は、200°C以上では拡散が顕著になることが知られている。このことから、一定の加速電圧で注入された窒素は一定の深さ方向の分布を示す。これが、窒素の最大濃度深さがどれもほとんど変わらなかった原因と考えられる。一方、ガス圧が変化することにより、基板温度もそれに伴って変化したため、鋼内部方向への拡散は、ガス圧の変化(=基板温度の変化)にともなって、ガス圧が高く、基板温度が上昇した試料ほど、鋼のより深いところまで、より多くの窒素が分布する結果となったと考えられる。

4. まとめ

プラズマイオン注入法により、鉄鋼材料に窒素イオン注入を試みた。

工具鋼の焼戻し温度-焼戻し硬さの関係から、各処理条件における基板温度の測定を行った。

加速電圧および窒素ガス圧が高くなるほど、基板温度は上昇していくことがわかった。加速電圧や窒素ガス圧の条件に伴って、基板温度は170°C程度から400°C近くまで変化した。

鉄鋼材料中の窒素の分布は、加速電圧による注入深さと、基板温度の上昇に伴う窒素拡散の二つの因子に影響され

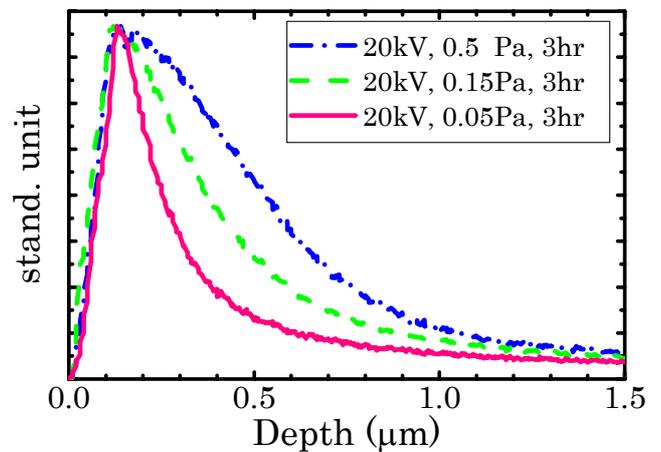


図3 窒素の試料表面から深さ方向の分布

ることがわかった。基板温度の上昇は、注入元素の拡散を促すことになり、これを利用すると加速電圧を高くする方法以外でも、ある程度の深さまで、元素を分布させることが可能である。

プラズマイオン注入法では、イオンの加速は試料と電極間の電位差に依存し、これは高電圧パルス電源の能力によって決定されることとなる。加速器によってイオンの加速電圧を大きくとれるビームライン型イオン注入装置に比べて、プラズマイオン注入装置では加速電圧に限界があるが、基板温度上昇に伴う拡散効果を併用することで、注入効率を改善できる可能性があることを見いだした。

参考文献

- 1) R. J. Adler, W. Horne, R. Brunke, J. T. Scheuer, Surf. Coat. Technol. 136 (2001) 252.
- 2) K. C. Walter, M. Nastasi, N. P. Baker, C. P. Munson, W. K. Scarborough, J. T. Scheuer, B. P. Wood, J. R. Conrad, K. Sridharan, S. Malik, R. A. Bruen, Surf. Coat. Technol. 103-104 (1998) 205.

(原稿受付 平成17年8月15日)