

液体窒素中放電による Al 表面への表面硬化層の形成

大同大学 ○岡村 貴, 大同大学 ◎吉田昌史

放電加工後に形成される加工変質層は、高い硬度を有するのでクラックや熱影響層の抑制、変質層厚さの制御ができれば、表面硬化層として利用できる可能性がある。そこで本研究では、放電加工における加工変質層を表面硬化層に改質することを目的としている。今回は液体窒素中に純アルミニウムを浸漬させ、放電を発生させることで純アルミニウム表面への窒素侵入を試み、アルミニウム表面への表面硬化層の生成について検討した。

1. 研究背景

放電加工後の表層には母材とは異なった変質層が形成され、この層は白層と呼ばれている。白層は放電加工時に溶解した材料の一部が除去されずに残留し、再凝固した層である。層の厚さは数 μm ～数十 μm であり、層には微小なクラックが多数発生する。金型の割れや欠けの防止のため、微小クラックや白層等の表面欠陥層の除去など、2次加工を行う必要があり、放電加工面をそのまま使用することはまれである。このように、白層は製品の精度や寿命、耐摩耗性や耐薬品性などに影響を及ぼすため、これまで表面欠陥として扱われてきた。このことから、加工変質層の除去に関する研究は、古くから行われてきた。最近では超硬合金の加工変質層の切削特性について調べ、高能率な加工変質層の除去方法について検討した報告¹⁾、放電加工面に電子ビームを照射し、加工面の仕上げを行うとともに、複合処理による表面の高機能化についての報告²⁾、脱イオン水を加工液に用いたクラックレス放電加工についての報告³⁾がある。これらの方法で微細クラックの低減は可能であるが、微細孔側面などの処理が困難であるという課題も残されており、クラックが発生しない放電加工法の研究は現在でも行われている。いずれの研究も、放電加工後の白層の除去に関する研究であり、白層を有効活用する試みは見当たらない。

2. 研究目的

本研究では、これまでの研究の着想とは異なり、この不良現象を積極的に発生させ、白層を表面硬化層として利用する新しい表面改質法の提案を目的とする。そこで今回は、加工液に液体窒素を用いて、アルミニウム表面 (Al) に放電を行い、アルミニウム表面への窒化アルミニウム皮膜 (AlN) の生成を試みた。

3. 実験方法

本研究で使用した表面改質装置を図 1 に示している。この装置は電極、直流安定化電源、ファンクションジェネレーター、加工槽で構成されている。電極には、陽極に $\phi 5\text{ mm}$ の炭素棒、陰極に $20\text{ mm} \times 10\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ の純 Al を用いた。電極間に 200 V の電圧を印加し、炭素と供試体間で放電を発生させた。図 1 に示すように、ファンクションジェネレーターでトランジスタを駆動させ、放電をパ

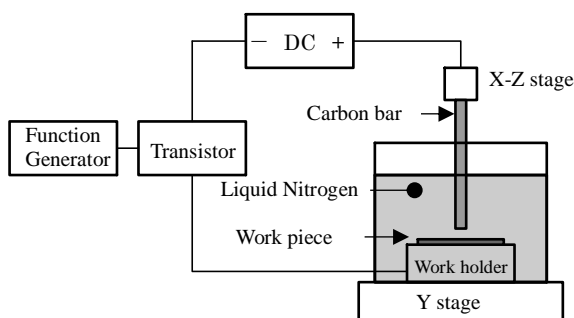


Fig. 1 実験装置

ルス化した。パルス条件は周波数 1 kHz 、デューティ比 0.5 とし、液体窒素中で 30 min ～ 120 min の間放電を維持させた。

4. 実験結果および考察

4. 1 処理後の表面観察結果

図 2 は Al に対して無負荷電圧 200 V 、約 30 分間放電させた後の試料表面の外観を示している。放電箇所は電極形状と同形状の加工面が形成された。その加工面は Al の色から黒色に変化した。図 3 は放電面を走査型電子顕微鏡で観察した結果である。基材である Al は平滑な表面であるのに対して、放電後の表面は荒れていた。ここで、図 4 に図 3 の放電面を拡大したものを示しており、放電により表面が荒れていることが分かる。図 4 の上図の点線部分を拡大したものが、図 4 の下図となる。図 4 の下図より、放電面内には複数の亀裂が確認できたことから、最表面には放電により溶解し再凝固した変質層が形成されているものと考えられる。放電面に対して X 線回折を行った結果が図 5 であり、AlN の生成が確認できた。生成された窒化物としては AlN 以外に AlON がある。AlON 生成のための酸素供給源としては、液体窒素中に含まれる酸素、基材および電極表面の酸化膜やコンタミネーションなどが考えられる。Al₄C₃が得られたが、これは基材の Al と電極の C が放電によって瞬時に反応し生成されたものと考えられる。

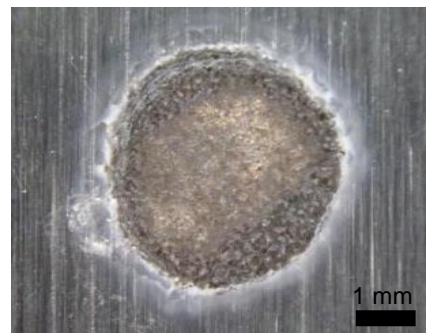


Fig. 2 放電処理後の基材表面

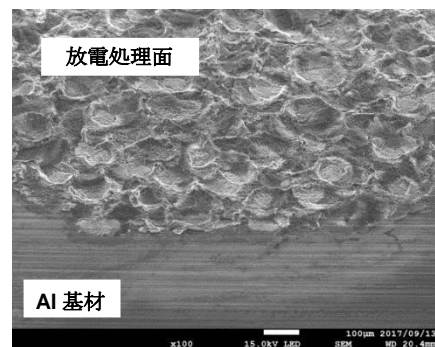


Fig. 3 放電処理後の基材表面 (SEM 像)

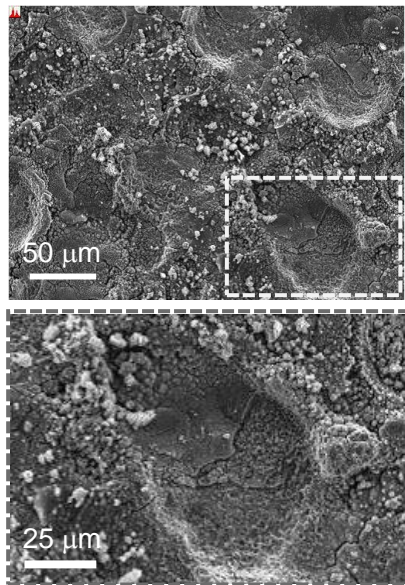


Fig. 4 放電痕の観察結果 (SEM 像)

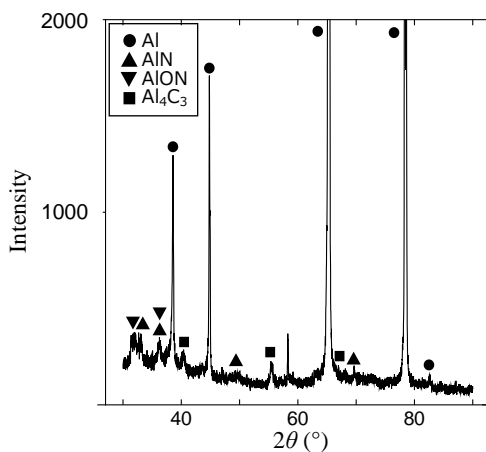


Fig. 5 X線回折結果

4. 2 処理後の断面観察結果

図6は放電後の断面組織観察結果である。基材の最表層にはAlとは異なる層が形成されており、2層確認することができた。この2層に対して定性分析を行った結果が図7である。最表層の分析箇所がa点であり、基材内側に確認できる層の分析箇所はb点である。a点ではAlやNが確認できず、主にCが検出された。電極に炭素棒を用いていることから、放電中に電極材が消耗し、基材の最表面に堆積したものと考えられる。一方、b点ではAlとNが確認できるため、AlNが形成されていると考えられる。なお、SiとOは、観察準備の研磨工程で除去しきれなかった研磨粒子であり、Ptは電子顕微鏡観察のために蒸着をしたことにより検出されたものである。

4. 3 処理後の断面観察結果

電圧200V、処理時間2hで放電した後のAlN皮膜に対して、ピッカース硬さ試験を行った。AlN皮膜の厚さは約10μmであり、その硬さは約1000HVであった。また、処理前のAl基材の硬さは約37HVであり、処理後は約36HVであった。処理前後で基材の硬さに差がないことから、本処理法では処理前の基材強度を維持したまま硬質な皮膜を形成できることが分かった。

AlNの形成は、放電によるAl基材の熔融から再凝固の極短時間で

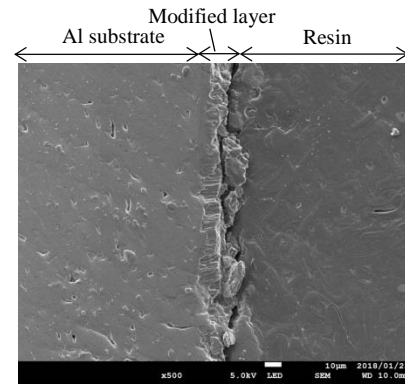


Fig. 6 放電加工後の断面組織

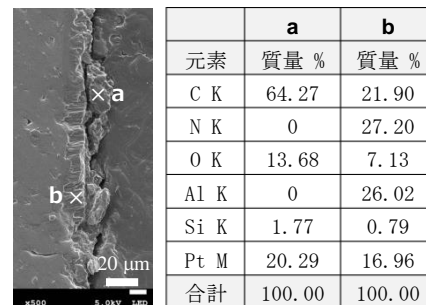


Fig. 7 放電処理後の断面の成分分析結果

起こったものと考えられるが、窒化機構については今後詳細に検討する予定である。

5. 結論

液体窒素中に純Alを浸漬させ、放電を発生させることで純Al表面への表面硬化層の生成について検討した。この結果、以下の結論を得た。

- 1) 液体窒素中で放電を行うことにより、AlN皮膜を生成できることが分かった。生成されたAlN皮膜の硬さは1000HVであった。
- 2) AlN皮膜は放電により熔融し再凝固したものと思われる。窒化反応は、熔融から再凝固の極短時間で起こったものと考えられるが、窒化機構については今後詳細に検討する予定である。
- 3) 処理前後でAl基材の硬さにほとんど差がなかった。本処理法は処理前の基材強度を維持したままAlN皮膜を形成できることが明らかとなった。

なお、本稿の内容のうち、登壇者は、4.1以降の実験の実施および実験結果の部分を担当した。

参考文献

- 1) 静弘夫, 奥田孝一, 布引雅之, 今里和樹: 放電加工変質層を有する超硬表面の切削仕上げに関する研究, 砥粒加工学会誌, **59**, 7 (2015) 408.
- 2) 萩原義人, 佐野正明, 岡田晃: 電子ビーム照射した金型鋼の諸特性について, 電気加工学会誌, **47**, 115 (2013) 88.
- 3) 金子健正, 古谷克司: モリブデンのクラックレス放電加工 (第1報), 精密工学会誌, **80**, 2 (2014) 197.

謝辞

本研究は、公益財団法人永井科学技術財団の平成28年度研究奨励金により実施したものであり、ここに謝意を表す。