

# Ti 中に拡散熱処理した C、N の定量分析

熊本大学 工学部 技術部<sup>1)</sup>、大学院 自然科学研究科 (現：東洋鋼鈑株)<sup>2)</sup>

大学院 自然科学研究科<sup>3)</sup>

○山室賢輝<sup>1)</sup>、河野友香<sup>2)</sup>、森園靖浩<sup>3)</sup>

## 1. はじめに

Ti 及び Ti 合金は、比強度、耐食性等に優れるため、近年様々な場面でその用途を拡大している金属である。しかしながら耐摩耗性に劣るという欠点も併せ持つため、プラズマ窒化、プラズマ浸炭、溶射等の各種表面処理が検討されている。但しこれらの方法は、大型の専用設備を必要とし、また処理費用などに問題を抱えていることから、近年ではより簡便な手法による表面改質技術が期待されている<sup>[1]</sup>。そこで今回は、我々のグループで開発した汎用的な装置による“炭素・窒素複合拡散処理”の方法<sup>[2]、[3]</sup>と、改質層の EPMA 分析結果について報告する。

## 2. 複合炭窒化処理の方法、結果

表面改質する供試材には工業用純チタンを用い、10mm×10mm×1mm の形状に切り出した後、表面を#1200 まで研磨した。研磨した試料は、アルミナるつぼにカーボニル鉄粉(0.8~0.9C wt.%)とグラファイトから成る混合粉末と共に埋め込み、

流量 500ml/min で窒素ガスを流しながら、773~1473K の温度域で熱処理し、所定時間保持した。また窒素ガスフロー前には、あらかじめロータリーポンプにより 10Pa 以下の真空引きを行った。本処理により良好な Ti(C,N)層を形成した試料を図 1 に示す。(a)は処理前の試料、(b)は 1273K-3.6ks 処理した試料である。炭窒化層は、TiC (黒色) と TiN (金色) の中間的なやや黒ずんだ黄金色を呈しているのが分かる。図 2 は処理温度ごとの試料表面における XRD 分析結果である。低温域での拡散処理では $\alpha$ -Ti のピークが観察されたが、1273K 以上の温度では Ti(C,N)の明瞭なピークが認められた。

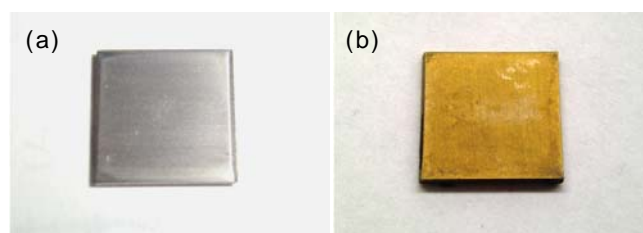


図 1 処理前後の試料 (a)処理前 (b)処理後

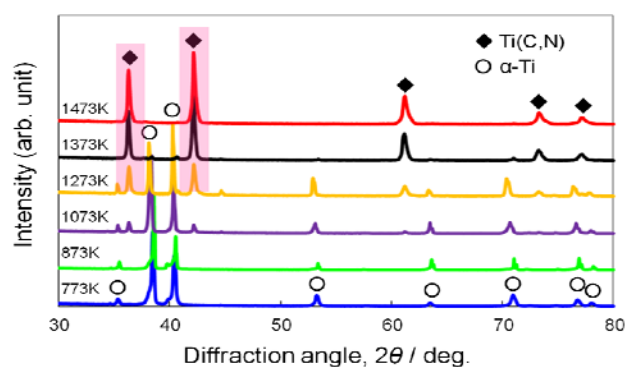


図 2 処理温度ごとの XRD 分析結果

## 3. EPMA 分析

Ti と N の分析と聞いてピンとくる方も多いと思うが、今回の分析は WDS を用いて

も特性 X 線の重なりにより、単純に分析すると間違った結果をもたらす例である。X 線の重なりには様々なパターンがあるが、本例は Ti-L<sub>1</sub>線 (31.36 Å) と N-K $\alpha$ 線 (31.60 Å) の 1 次線同士が干渉しているため (図 3)、分離が困難となっている。そこで今回は干渉補正法<sup>[4]</sup>により処理を行った。まず Ti 標準試料により Ti-K $\alpha$ の強度と N-K $\alpha$ ピーク波長での Ti-L<sub>1(N-K $\alpha$ )の強度 (図 3 矢印部) を測定し、強度比  $R = I_{Ti-L_{1(N-K\alpha)}} / I_{Ti-K\alpha}$  を求めた。次に未知試料である Ti(C,N)の Ti-K $\alpha$ に強度比 R をかけて、N-K $\alpha$ に重なる Ti-L<sub>1(N-K $\alpha$ )の強度を求めた。これを未知試料のスペクトルから差し引くことで N-K $\alpha$ 線強度の補正を行った。この方法により求めた面分析と定量分析結果をそれぞれ図4,5に示す。</sub></sub>

#### 4. おわりに

本研究は現在、反応層の生成機構について詳細な調査を行っており、分析の果たす役割が更に大きくなっている。今後も更なる分析精度向上に努めたい。

#### ※参考文献

- [1] K. Matsuura, M.Kudoh, "Surface modification of titanium by a diffusional carbo-nitriding method", Acta Materialia, Vol. 50, No. 10, (2002), 2693-2700.
- [2] 特願 2010-017567, "チタン製品の表面処理方法及びチタン製品".
- [3] 河野友香, 森園靖浩, 連川貞弘, 山室賢輝, "チタン材料に対する簡易炭窒化処理法", 日本金属学会講演概要, (2011), 第 149 回.
- [4] 日本電子株式会社, "EPMA 分析の留意点", ANALYTICAL NEWS, No. 075, (2008), 10-11.

※第 30 回マイクロナリシス研究懇談会にて報告

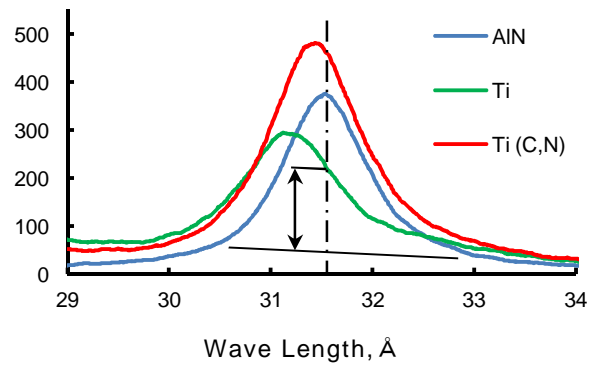


図 3 Ti, AlN, Ti(C,N) のスペクトル

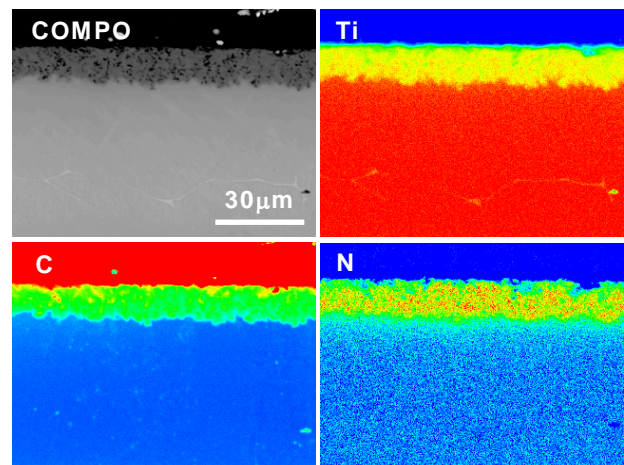


図 4 1273K-3.6ks 拡散処理した試料の面分析結果

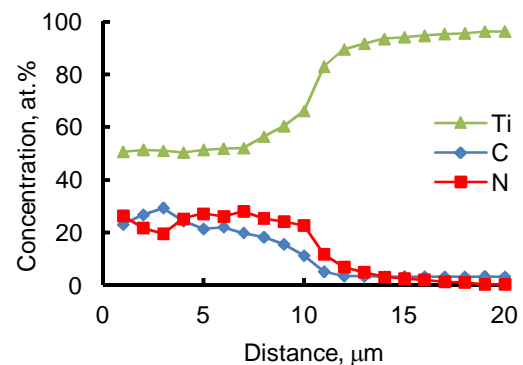
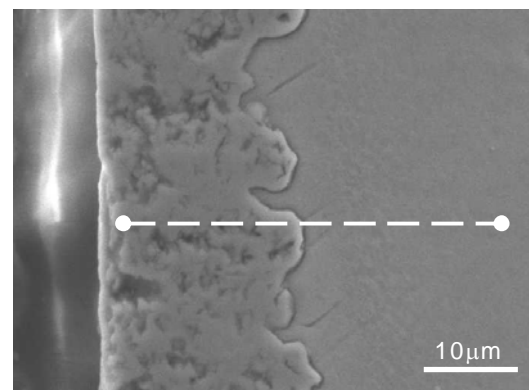


図 5 1273K-3.6ks 拡散処理した試料の SEM 像とその点線上の定量分析結果