

補助事業番号 2020M-180

補助事業名 2020年度 高繰り返しナノ秒パルス窒素プラズマの特性解明とそれに基づいた金属材料の革新的窒化技術の開発 補助事業

補助事業者名 兵庫県立大学大学院工学研究科 菊池 祐介

1 研究の概要

SiC-MOSFETインバータ電源を用いることで最高周波数600 kHz, パルス幅200 ns, 電力1 kWの高繰り返しナノ秒パルス窒素プラズマを生成し, 金属材料の窒化技術に適用した。新たにICCD分光システムを導入し, 時間分解分光計測を行い, アフターグロー中の窒素分子イオンの生成や窒素原子発光を観測した。チタン等への金属材料に正極性窒素プラズマを照射して窒化効果を調査した。その結果, 基板温度800°Cにおいて, チタン表面硬度が20 GPaまで上昇した。従来と異なり水素ガスを添加しなくても窒化が可能であること, エッジ効果も発生しないことを特徴とするラジカル窒化を実現することができた。

2 研究の目的と背景

持続可能な開発目標(SDGs)に挙げられるように, 環境負荷低減が世界的に求められている。特に自動車産業は市場規模が大きいが, 自動車の場合, 使用燃料の約2/3は摩擦や熱としてトン室しており, 数%の損失低減でも実現できれば, 非常に大きな省エネルギー効果が得られる。摩擦摩耗特性を向上させるための材料表面改質に着目し, 2017年度の研究補助事業により高繰り返しナノ秒パルスグロー放電プラズマを用いたダイヤモンドライクカーボン(DLC)成膜の開発を実施した。同様のプラズマ生成手法により高繰り返しナノ秒パルス窒素プラズマを生成し, それを窒化技術に発展させることを期待し, ステップアップ研究として本研究を実施した。特に従来実施出来ていなかった, 時間分解分光計測を行い, 高繰り返しパルス窒素プラズマの特性評価を行うことを目的とした。

3 研究内容

(1)高繰り返しナノ秒パルス窒素プラズマの特性評価

(URL: <https://www.eng.u-hyogo.ac.jp/faculty/ykikuchi/JKA-ring-ring2020.html>)

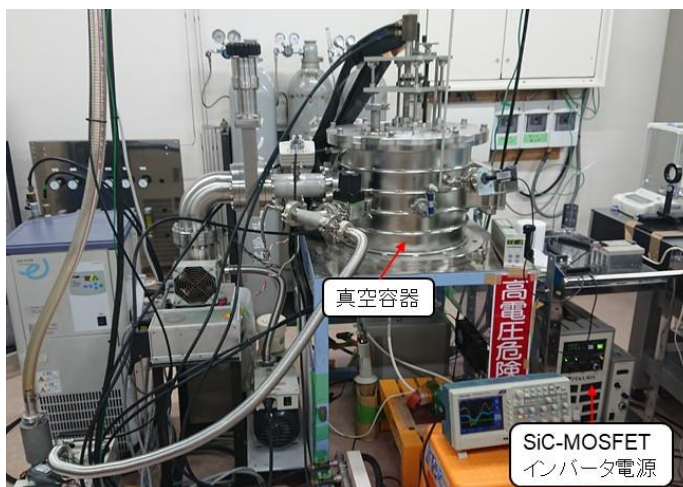
真空チャンバー内の上部に接地凸電極と下部に平板電極を電極間距離30 mmとして設置した。ターボ分子ポンプにより真空引き後(到達真空度: 0.1 Pa以下), プラズマ実験時はドライポンプにて排気を行った。放電ガスとして窒素(N₂, 流量: 3 L/min)を導入し, ガス圧力0.5 kPaに保持した。次に両極性高繰り返しナノ秒パルス電圧(繰り返し周波数: 20, 600 kHz, 電力: 1 kW)を全波整流器により負極性電圧に変換した後, 電極間に印加してプラズマを生成した。パルスON時とOFF時(アフターグロー)を分離して時間分解分光計測を行ったところ, アフターグローにおいて窒素分子イオン発光が観測された。電子衝突電離ではなく振動励起状態の窒素分子との衝突による電離が考えられる。また, 陽極近傍に

においては窒素原子発光が観測された。これらは特に繰り返し周波数が高い場合に発現した。

(2)窒化処理・分析

(URL:<https://www.eng.u-hyogo.ac.jp/faculty/ykikuchi/JKA-ring-ring2020.html>)

鏡面加工したチタン試料に基板温度800°Cにて、正極性および負極性パルスプラズマを2時間照射した。負極性の場合、試料のエッジ部と中央部で表面色が異なっており、イオン照射がエッジ部に集中した結果と考えられる。また、水素ガス添加有無の効果を調査した結果、水素添加無しにおいても窒化が進行していることが明らかとなった。従来の窒化処理では水素を添加することでNHラジカルを生成し、基板表面で窒素原子が供給されるメカニズムが重要と考えられてきた。本研究では水素添加なしで窒化処理を行うことができることが分かる。また、硬度は正極性パルスプラズマ処理において20 GPa以上が得られている。一方、負極性パルスプラズマ処理では7 GPaであった。本事業で新たに導入したICCD分光システムにより行った時間分解分光計測により、水素添加無しの正極性パルスプラズマにおいて、窒素原子発光強度が大きく現れることが明らかとなった。このことから、高繰り返しナノ秒パルスグロー放電では陽極近傍において窒素分子の解離度が高く、高い窒素原子密度が得られると考えられる。



4 本研究が実社会にどう活かされるか—展望

従来のプラズマ(イオン)窒化では基材のエッジ部にイオン照射が集中するため均一な処理が難しいことやグロー放電からアーク放電に移行する危険性があるなどが指摘されてきた。本研究のナノ秒パルス放電を使うことでアーク放電への移行を抑制するとともに、正極性の高繰り返し周波数を適用することでエッジ効果の無い窒素原子ラジカル照射による窒化処理が期待できる。

5 教歴・研究歴の流れにおける今回研究の位置づけ

2017年度の研究補助によりSiC-MOSFETインバータ電源を用いた高繰り返しナノ秒パルスプラズマ生成技術を確立し、ダイヤモンドライクカーボン(DLC)の高速成膜を実施した。今回の研究はその内容を発展させ、金属材料の窒化技術へ適用した。また、時間分解分光計測により窒素プラズマ特有の繰り返し周波数効果を見出すこともできた。世界的に未開拓な新しいプラズマ源であり、今後もこの流れを継続し、新しい研究成果を発信していく。

6 本研究にかかわる知財・発表論文等

(1) 原著論文 (査読有り)

・ K. Ioka, Y. Kikuchi, T. Mine, R. Masai, M. Yatsuzuka:

“Effects of substrate temperature on film hardness and hydrogen content in diamond-like carbon films prepared with a repetitive nanosecond pulsed glow hydrogen/methane discharge plasma”, Plasma and Fusion Research, Vol. 16, 1206038 (2021).

(2) 会議プロシーディング

・ R. Masai, Y. Kikuchi, K. Ioka, T. Mine, M. Yatsuzuka:

“A radical nitriding technique using a high-repetition nanosecond pulsed glow discharge”, Proc. of 38th Symposium on Plasma Processing (SPP38)/The 33th Symposium on Plasma Science for Materials (SPSM33), Online, Jan. 28, pp. 156-157 (2021).

(3) 学会発表講演予稿集

・ 政井 瞭平, 菊池 祐介, 井岡 克也, 峯 卓馬, 八東 充保

「準大気圧高繰り返しナノ秒パルス窒素グロー放電プラズマを用いた窒化実験」
第37回プラズマ・核融合学会年会、令和2年12月2日、オンライン開催、2P30 (2020)

7 補助事業に係る成果物

(1) 補助事業により作成したもの

高繰り返しナノ秒パルスプラズマ生成装置と計測システム

<https://www.eng.u-hyogo.ac.jp/faculty/ykikuchi/JKA-ring-ring2020.html>

(2) (1)以外で当事業において作成したもの

学術論文

https://www.jspf.or.jp/PFR/PFR_articles/pfr2021/pfr2021_16-1206038.html

8 事業内容についての問い合わせ先

所属機関名: 兵庫県立大学大学院工学研究科

住 所: 〒671-2280

兵庫県姫路市書写2167

担 当 者: 教授 菊池 祐介(キクチ ユウスケ)

担 当 部 署: 電気物性工学専攻(デンキブツセイコウガクセンコウ)

E - m a i l: ykikuchi@eng.u-hyogo.ac.jp

U R L: <http://www.eng.u-hyogo.ac.jp/faculty/ykikuchi/index.html>