

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 Nitriding experiments using a high repetition nanosecond pulsed nitrogen glow discharge plasma under sub-atmospheric pressure

政井 瞭平¹, 菊池 祐介¹, 井岡 克也¹, 峯 卓馬¹, 八東 充保¹
MASAI Ryohei¹, KIKUCHI Yusuke¹, IOKA Katsuya¹, MINE Takuma¹,
YATSUZUKA Mitsuyasu¹

¹兵庫県立大
¹Univ. of Hyogo

1. はじめに

大気圧・準大気圧下のナノ秒パルスグロー放電は、高密度の非平衡プラズマを生成することができることから、高い注目を集めている[1]。我々は近年開発されたSiC-MOSFETインバータ電源を使用して高繰り返しナノ秒パルスグロー放電を生成し、繰り返し周波数が放電特性に与える影響について調査してきた。また、DLC成膜[2]等の材料表面処理技術への適用も行っている。

本研究では高繰り返しナノ秒パルス窒素グロー放電を生成し、チタン(Ti)の窒化に適用した。

2. 実験方法・結果

真空チャンバー内の上部に接地凸電極（直径：50 mm，凸部分の直径：9.4 mm）と下部に平板電極（直径：70 mm）を電極間距離30 mmとして設置した。下部電極は水冷軸上に設置している。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。試料としてチタン（純度：99.5%，20 mm×20 mm×1 mm）を用いた。また、試料はアセトン洗浄後に下部電極上に設置し、アルゴンスパッタ処理を行った。その後、正極性もしくは負極性の高繰り返しナノ秒パルス電圧（繰り返し周波数：600 kHz，パルス幅：200 ns）を電極間に印加した。従来の窒化において水素ガス（H₂）の混合は、基板の酸化の抑制やNHラジカルの形成が目的である[3]。本実験では N₂（流量：3 L/min），H₂（流量：0~1 L/min）を導入し、ガス圧力を0.5 kPaに保持しプラズマ照射時間は2時間とした。試料温度は下部電極と水冷軸間に金属スペーサーを挿入することによる熱絶縁効果により調節した。

図1にプラズマ照射後のTi基板のX線回折（XRD）パターンを示す。ここでX線入射角は0.4°であり、X線侵入長は1.83 μmとなる。また、

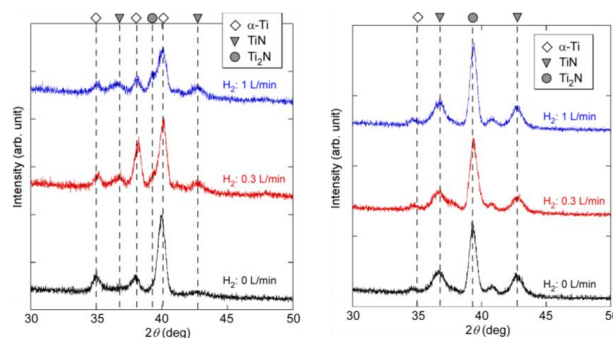


図1 窒化チタンの XRD 計測結果(左:負極性, 右:正極性)

試料温度は800°Cである。図1に示すように負極性では、H₂添加がある場合TiNの回折パターンが確認された。この結果は、従来のイオン窒化と同様に窒化を促進するためにH₂添加が必要であることを示唆している。一方、正極性では、回折パターンがH₂添加の有無に無関係であることが分かる。

次にナノインデントを用いて硬度を測定した。ここで押し込み深さは100 nmとした。その結果、未処理のチタン試料の硬度は約4 GPaであり、正極性では、硬度は約22 GPaに増加した。一方、負極性においても硬度上昇が見られたが、正極性に比べて硬度が低くなった。正極性ではイオン照射がないことから、ラジカル窒化が達成されたことを示唆している。

ポスター発表では高繰り返しナノ秒パルス窒素グロー放電の分光計測結果等も合わせて報告する。

参考文献

- [1] R. Brandenburg, et al., Plasma Sources Sci. Technol., (2017) 020201.
- [2] Y. Kikuchi et al., Jpn. J. Appl. Phys. (2017) 100306.
- [3] R. Ichiki et al., J. Plasma Fusion Res. SERIES (2009) 1408.