

令和3年度 学位論文内容要旨

論文題目

プラズマ窒化処理装置の開発および窒化処理したオーステナイト系ステンレス鋼の機械的特性に関する研究

名城大学大学院 理工学研究科機械工学専攻博士後期課程

氏 名

半田 祥樹

現在、低アスペクト比・大体積な処理物に対しては直流プラズマ装置を用いた処理が行われている。しかし、処理の均一性や制御性の観点から、高周波や電子ビームによるプラズマ生成装置を用いた処理の研究が行われてきた。高周波を利用した容量結合プラズマ (CCP) や誘導結合プラズマ (ICP) においては、大体積化に伴って高周波の電力を供給する電極やコイル導体が長くなり、高周波の伝搬波長の $1/4$ 程度以上になると、電極端およびアンテナ導体終端にて反射が生じることが避けられず、高周波電力による定在波の影響により電力供給が不均一となり、プラズマ密度分布に偏りが生じる。この問題に対して、位相変調法やアンテナ導体の小型化・低インダクタンス化により、大面積化・均一化が行われている。また、電子サイクロトロン共鳴プラズマ (ECR) においては、入射するマイクロ波の周波数を下げることで波長を長くし、共鳴層による吸収領域を長くして大口径のプラズマの生成に成功している。しかし、周波数が低いと相対的に導波管、真空容器の寸法が大きくなり、装置が大規模化してしまうという欠点がある。電子ビームを利用したプラズマ生成においては、電子ビームの指向性によりプラズマ密度が不均一になる問題がある。そこで電子ビームに電磁場を付与することでプラズマ密度の均一化、大面積化に成功している。しかしプラズマの厚さは 10 mm ほどであり、大体積化には課題を残している。このように、プラズマの大体(面)積化は、装置の複雑化・大規模化による高コスト化が避けられない。また、これらのプラズマ装置は半導体製造を主眼に置いており、機械部品への応用は難しい。そのため、簡易構造で大体積に均一なプラズマ装置が求められている。

そこで、本研究は、新しいプラズマ生成装置を開発し、ラングミュアプローブによるプラズマ診断からプラズマ装置の幾何学的パラメータがプラズマ密度分布へと与える影響を調べた。その結果、プラズマ密度分布は、S1 電極のピンホール直径と S2 スリット幅で均一性の変化が確認された。S1 電極のピンホール直径では、引き出された電子ビームの発散角が約 1.5 倍に増加した。S2 スリットでは、開口部の大きさの影響により奥行方向のプラズマ密度分布が変化した。プラズマの半径方向の分布は、処理領域の中心付近である S1 電極から 200 mm のプラズマ源正面と、正面から半径方向に 140 mm の位置で 50% 程度のプラズマ密度の変化となった。さらに、この幾何学的パラメータの影響を調べるために、PIC-MCC 法による粒子シミュレーションに電子の回折シミュレーションを組み込んだプラズマシミュレーションツールを開発し、本プラズマ装置の電極間距離や電極の開口部の大きさなどの幾何学的形状がプラズマ密度分布に与える影響について検討した。幾何学的形状がプラズマ分布に与える影響は、電子ビームの電子同士の反発による発散や、各電極間の電界の関係から理論的に予測される傾向と一致した。また、シミュレーションの妥当性を評価するために、試料を複数設置したモデルについてシミュレーションと、実機のプローブ測定結果の比較を行った。この比較では、同様のプラズマ密度分布の傾向が得られ、シミュレーション結果の妥当性が確認された。さらに、新プラズマ生成装置の窒化処理特性について明らかにするため、SKD61 に対して窒化処理実験を行った。まず、雰囲気の影響を調べるため、処理圧力と窒素ガス流量を変化させた。その結果、処理圧力 0.5 Pa 以上で、表面硬度の変化は飽和した。さらに、処理圧力 0.5 Pa および 1.0 Pa で窒素ガス流量を変化させると、0.5 Pa, 10 sccm で最も窒化処理の均一性が良い結果が得られた。さらに、窒化処理において重要なサンプルバイアスでは、正バイアスと負バイアスをそれぞれ印加し、1.5~6 時間窒化処理した。負バイアスの試料では、エッジ効果が確認された。一方で正バイアスを印加した試料は、表面硬度は負バイアスの試料よりも低いエッジ効果は確認されなかった。また、負バイアスを印加し 6 時間処理した試料以外は、未処理の試料と同様の鏡面性を維持した。さらに、断面腐食写真ではどの試料も化合物層の形成が確認されず、XRD パターンにおいても

(名城大学大学院)

Fe₃N のピークがわずかに検出されたのみであった。そのため、新プラズマ生成装置は、化合物層・エッジ効果フリーの窒化処理であることが明らかとなった。さらに、バッチ単位処理の均一性評価のため、プローブ測定位置に試料を設置しプラズマ窒化処理を行った。窒化処理のバラつきは、処理領域内の各位置で、表面硬度で平均値から 10%程度のバラつきとなった。

本装置のプラズマ窒化処理は、仕上げ表面粗さに影響を与えにくいため、高精度に仕上げられた部材への処理に適している。特に半導体製造装置や医療器具といった耐食性が求められるものに使用されるオーステナイト系ステンレス鋼は、表面硬度の低さから耐摩耗性などの機械的特性に課題があるため、プラズマ窒化処理による機械的特性の改善が行われている。直流プラズマ装置を用いて、通常の 500℃程度の雰囲気中でプラズマ窒化処理を行うと、窒化クロムが形成し、母材のクロム濃度が減少するため不働態皮膜の形成が不十分となり耐食性が悪化する。また、高エネルギーの窒素イオンの衝突によりスパッタリングが発生し表面粗さも悪化する。一方で、400℃程度の低温プラズマ窒化を施すと、窒化クロムの形成を抑制しつつ、拡張オーステナイト相と呼ばれる窒素の過飽和相が形成する。そのため、母材のクロム濃度を維持しつつ高い表面硬度が得られる。さらに、拡張オーステナイト相中の窒素の働きにより、腐食発生時には不働態皮膜の再生が促されるため、未処理のオーステナイト系ステンレス鋼よりも耐食性が向上する。しかし、表面粗さの悪化は耐食性に影響を与えることが知られており、拡張オーステナイト相の持つ耐食性は、表面粗さの悪化の影響と拡張オーステナイト相の耐食性の向上が合わさった状態であった。そのため、より耐食性を高めるには、より仕上げ表面を維持したプラズマ窒化処理が求められる。そこで本装置の窒化処理の原理を適用することで、オーステナイト系ステンレス鋼の仕上げ表面粗さを維持しつつ機械的特性と耐食性の向上を図った。ニュートラル窒化処理後の試料は、400℃以下で拡張オーステナイト相が形成し、表面硬度は母材の約 3 倍まで増加した。表面粗さは、鏡面に仕上げた未処理試料の Ra 5 nm から 350℃で窒化処理された試料では、Ra 10 nm と鏡面性を維持した。この試料は、孔食電位試験による耐食性評価でも未処理の試料と比較し高い電位まで耐食性を維持した。また、350℃で処理された試料と 400℃で処理された試料では、表面粗さの変化の小さい 350℃の試料がより耐食性を維持したことから、わずかな表面粗さの影響が耐食性に影響を与えることが示された。さらに、拡張オーステナイト相は窒素の拡散層であるため、窒素濃度は深さ方向に連続的に変化し、窒素濃度により摩耗速度が異なる。この摩耗速度の変化は、わずかな摩耗の影響を受ける高精度部品には、従来のしゅう動距離と摩耗量から算出され平均値で評価される摩耗速度では不十分であった。そこで、オーステナイト系ステンレス鋼表面に、拡張オーステナイト相のみを形成し、この拡張オーステナイト相を薄層に分けて往復しゅう動試験を行い各深さにおける摩耗速度を算出した。その結果、拡張オーステナイト相の窒素濃度に対する摩耗速度が明らかとなり、残留応力や格子定数といった窒素の固溶による影響を受ける特性についても矛盾しない結果が得られた。そのため、拡張オーステナイト相の窒素濃度プロファイルから各深さの摩耗速度が予測できる。

以上の結果から、新しいプラズマ生成装置を開発し、そのプラズマ密度の分布と幾何学的パラメータの関係について実機の測定とシミュレーションを用いて調べ、さらに、窒化特性について調査し、仕上げ表面を維持したままバッチ単位でプラズマ窒化処理が可能であることを示した。さらに、本プラズマ装置を用いて拡張オーステナイト相の表面粗さの影響のない耐食性および拡張オーステナイト相の窒素濃度プロファイルに対する摩耗速度について明らかにした。