

# アルミ合金自動車部品耐久性向上のための 高密度プラズマ窒化技術開発

河野 裕・木島 一広・阿部 治・杉田 良雄<sup>\*1</sup>・長谷川 均<sup>\*1</sup>  
関谷 英治<sup>\*1</sup>・中込 章公<sup>\*1</sup>・相澤 龍彦<sup>\*2</sup>・Foo Jin Hoe<sup>\*2</sup>

## Development of the High-Density Plasma Nitridation Process for Durability Improvement of Aluminum Alloy Automotive Parts

Hiroshi KONO, Kazuhiro KIJIMA, Osamu ABE, Yoshio SUGITA<sup>\*1</sup>, Hitoshi HASEGAWA<sup>\*1</sup>,  
Eiji SEKIYA<sup>\*1</sup>, Akimasa NAKAGOMI<sup>\*1</sup>, Tatsuhiko AIZAWA<sup>\*2</sup> and Foo Jin Hoe<sup>\*2</sup>

### 要 約

短時間でアルミ合金の高強度化、耐久性向上を実現するための高密度プラズマ窒化技術の確立を目指し、ガス種や圧力など様々な条件下においても瞬時にプラズマの発生を可能とする、自己整合特性を有したプラズマ装置の開発、および、DC（直流）バイアスによりプラズマを集中させることにより、効率的なプラズマ制御を可能とするプラズマ窒化処理方法についての検討を行った。その結果、低い漏洩電磁界強度と、所望の特性を両立したプラズマ発生装置が試作でき、併せて、独立したDCバイアス印加機構によるDCバイアス印加、およびチェンバ内圧力の制御によるプラズマ制御方法が明らかとなった。

### 1. 緒 言

二酸化炭素による温暖化の影響が懸念されている昨今、自動車の軽量化は省エネルギーおよびエミッション低減対策の一つとして、解決すべき重要な課題となっている。

具体的な解決策の一つとして、使用部材の軽量化が挙げられ、各種のアルミニウム合金は、これらの有力な候補として注目されている。しかし、従来から用いられている鉄鋼材料部品と比較して、アルミニウム合金部品は強度不足、耐久性不足が問題となってしまう。耐久性に関しては、ケイ素を添加することにより高強度化を図ることで、耐久性を向上させることが一般的に行われているが、強度や靱性との兼ね合いが問題となるため、それに変わる手法が求められている。その一つとして、表面処理や熱処理などの手法により、表面硬度を向上させる手法の確立が注目されている。中でも、窒化による耐久性の向上は、鉄鋼材料には多く利用され、ガス窒化、塩浴窒化等の手法が用いられている。しかし、アルミニウムおよびその合金については、表面に生じる酸化被膜により不動態が形成されるため、それらの処理の適用が困難となる。このような場合、プラズマ窒化が用いられる。

プラズマ窒化は、イオン化された原子・分子によるス

パッタリング効果、および試料表面に対する加速効果などにより、不動態を形成するステンレスやアルミニウム合金などに対しても適用することが可能とされている。

既存のプラズマ窒化では、DCプラズマを使用したものが主に用いられているが、これらによる処理においては、生成したプラズマによりプレスパッタを行った後でも、アルミニウム合金表面には、酸化膜が残留しており、実際に窒化相の形成が開始されるまでには10時間程度の時間を要することが報告<sup>1)</sup>されている。また、表面に形成した窒化相中の窒素拡散係数の低さから、窒化相形成が律速され、結果として窒化相形成に70時間程度の長時間処理が必要となることも問題となる。

本研究では、上記の問題を解決し、短時間でアルミ合金の高強度化、耐久性向上を実現するための高密度プラズマ窒化技術の確立を目指し開発を行った。これらの技術開発では、ガス種や圧力など様々な条件下においても、瞬時にプラズマの発生を可能とする自己整合特性を有する、小型高出力自励発振電源を活用したプラズマ装置の開発、および、DCバイアスによりプラズマを集中させることにより、効率的なプラズマ制御を可能とするプラズマ窒化処理方法についての検討を行った。

これらの課題解決のため、ワイエス電子工業(株)とともに、自己整合特性を有するプラズマ装置と独立制御可能なDCバイアス印加機構を併用した、プラズマ窒化に適する高密度プラズマの発生および高速制御方法の開発を

\*1 ワイエス電子工業株式会社

\*2 芝浦工業大学

行ったので、以下に報告する。

## 2. 自己整合特性を有する高周波プラズマ発生装置

高周波放電によるプラズマ発生では、電源側からプラズマ負荷を見たときのインピーダンスに含まれるリアクタンス成分により、高周波電源-プラズマ負荷間に反射波が生じ効率の低下や電源の損傷を引き起こすことが問題となる。これらを防ぐにはインピーダンス整合を行う必要がある。高周波プラズマ装置の大半は、インピーダンス整合をとるために、可変コンデンサとコイルによって負荷リアクタンスを相殺することのできるインピーダンス整合器を用いる。この方法では、可変コンデンサの同調に機械的動作を伴うため、整合をとるためには数秒オーダーの時間を要する。また、電源出力が高出力になるにつれて、整合器に用いるコイルやコンデンサは、耐圧をとるために大型のものが必要となり、その結果、装置の大型化や高コスト化が問題となる。

そこで本研究では、ワイエス電子工業㈱で開発した小型自励発振電源を用いたプラズマ発生装置を開発することとした。自励発振器はプラズマ負荷を含めた全体の系の状態で発振条件が決定し、インピーダンス整合器を必要としないことから、誘導結合高周波熱プラズマの発生には以前から用いられている。しかし、従来の電源は真空管を用いており、発振器の寸法は大型であった。今回使用している自励発振電源は、MOS形電界効果トランジスタを用いて2MHz帯の発振を可能としており、小型化されているのが特徴である。発振器が小型化することによって、電源と真空チェンバとの一体化が可能となり、省スペース化が図られている。また、チェンバと一体となることで、電磁遮蔽がしやすくなることも特徴となっている。装置の外観を図1に、チェンバ内部の概略図を図2に示す。

本研究で開発したプラズマ発生装置は容量結合を採用



図1 高周波プラズマ発生装置の外観

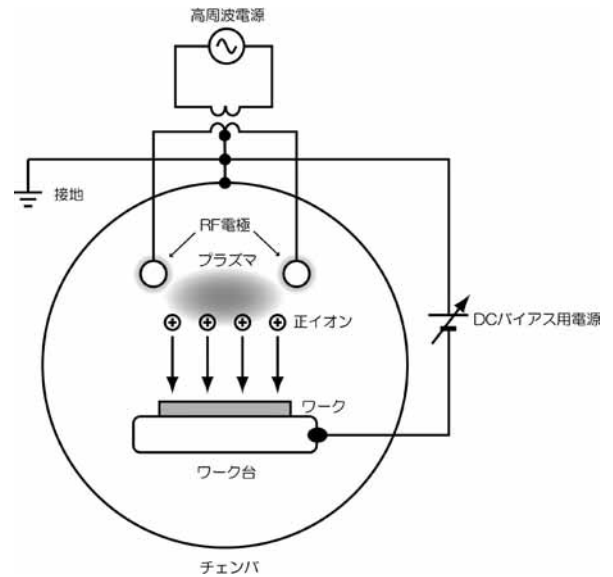


図2 チェンバ内部の概略図

している。一般的に、容量結合プラズマでは電極の片側はチェンバと同電位であり、非平衡給電となっている。本研究で開発したものは、平衡電極を採用しており、給電に関しても平衡給電を採用している。この構成により、チェンバ自体に流れるコモンモード電流の低減を図っている。このような電極の構成では、電極間に自己バイアスが印加されないため、独立したDCバイアス機構を付加してある。このことにより、RF給電とは独立した直流バイアス制御を可能としている。

開発した装置の特徴である、低漏洩電磁界特性を検証するため、開発装置の漏洩電磁界を設置現場にて測定した。測定時の配置を図3に、1MHz~30MHzの周波数範囲における測定結果を図4~図5に示す。マーカ部分がプラズマ発生器から発生している漏洩電磁界である。国内において、プラズマ発生に用いる高周波設備の発射およびスプリアス発射による電界強度の許容値は無線設備規則(昭和二十五年十一月三十日電波監理委員会規則第十八号)第六十五条の三によって、30mの距離において100μV/m(40dBμV/m)以下と定められている。今回の3mにおける測定結果から、直接規定を満たすかどうかの判断は困難であるが、発生電磁界が完全な遠方界である場合、3mでの許容値は30mでの許容値に20dBを加えたもので近似できる。今回の場合は60dBμV/mとなる。10MHz以上の周波数においては、おおよそ規定値以下の値が得られている。また、5MHz以下の周波数に関しては、30m地点においても近傍界であるため、さらに距離減衰は大きなものになると考えることができることから、規定値を下回る可能性を十分に持っている結果を得ることができたといえる。

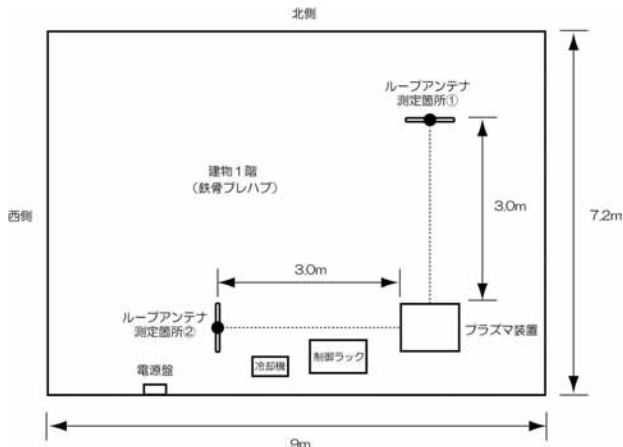


図3 漏洩電磁波測定配置

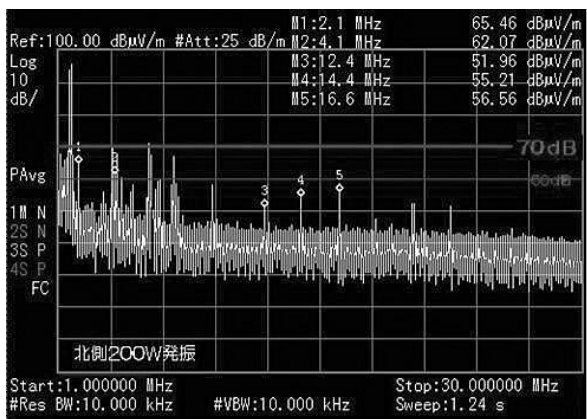


図4 測定場所①における漏洩電磁界測定結果  
(導入ガス：大気100Pa 200W印加)

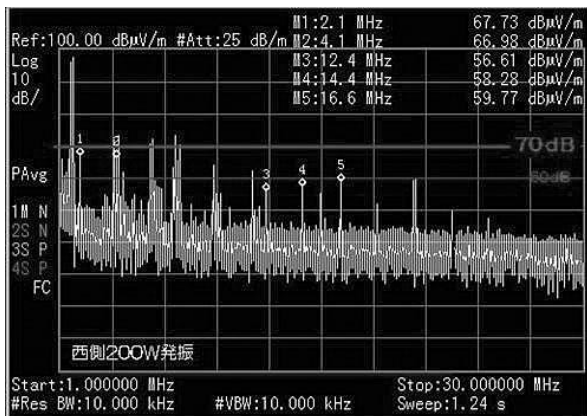


図5 測定場所②における漏洩電磁界測定結果  
(導入ガス：大気100Pa 200W印加)

### 3. プラズマ窒化に適した高密度プラズマ制御法の開発

本研究で開発したプラズマ発生装置について、分光計測を用いて、DCバイアス印加およびチェンバ内圧力制御によるプラズマ制御法についての検討を行った。分光計測には、浜松ホトニクス(株)製マルチチャンネル分光器PMA-12を用いた。測定時の各種パラメータを表1に、測定位置の概略図を図6に示す。

表1 各種パラメータ

導入ガス	N <sub>2</sub>
直流バイアス電圧	-400V
入力直流電圧	100V, 200V

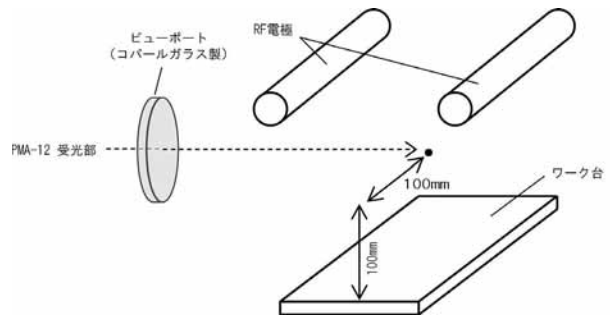


図6 測定位置の概略図

#### 3-1 DCバイアス印加による状態の変化

開発したプラズマ発生装置の特徴のひとつである独立制御可能なDCバイアス電圧印加機構の動作の検証を行った。測定条件の一覧を表2に、また、測定スペクトルを図7～図8にそれぞれ示す。

これらの結果よりDC印加によりプラズマによる発光強度の増加が確認された。これは、ワーク台付近のプラズマ密度の増加を示唆した結果であるといえる。DCバイアスを印加後にRF周波数が安定するまでに要した時間はおよそ40msであった。このことから、DCバイアス印加によるプラズマの高速制御が可能である事が確認できた。

表2 測定条件一覧 (DCバイアスによる変化)

	容器内圧力	入力電圧	DCバイアス
①	56Pa	200V	OFF
②	56Pa	200V	ON
③	58Pa	100V	OFF
④	63Pa	100V	ON

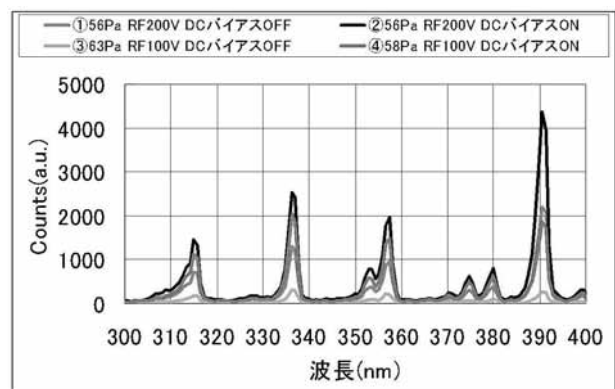


図7 測定スペクトル (300nm~400nm)



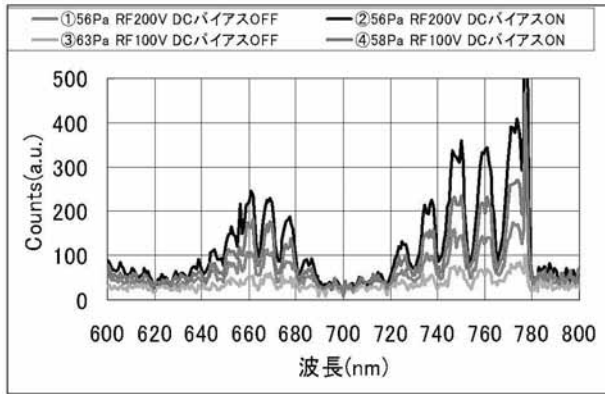


図8 測定スペクトル (600nm~800nm)

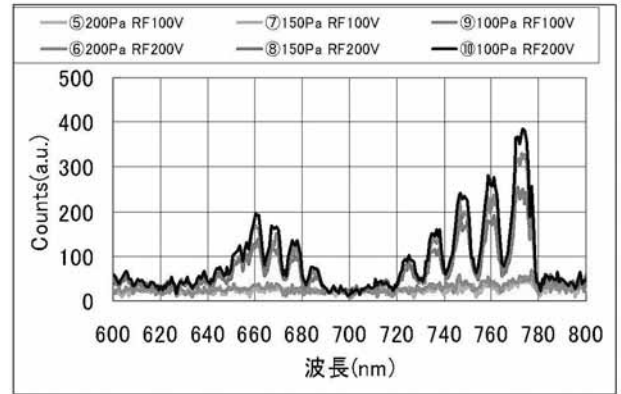


図10 測定スペクトル (600nm~800nm)

3-2 チェンバ内圧力による状態変化

チェンバ内の圧力の変化によるプラズマ状態の変化についての検証を行った。この測定中DCバイアスは常に印加した状態で行っている。

窒素ガスを導入して容器内圧力を300Paとし、入力電圧200Vを印加したところ、プラズマは発生しなかった。減圧し、200Paにしたところ、僅かに発光する状態となったため、容器内圧力を200Pa、150Paおよび100Paとした後、入力電圧を印加して窒素プラズマを発生させ、測定を行った。測定条件の一覧を表3に示す。

これらの測定結果のうち、波長域300~400nmの結果を図9に、波長域600~800nmの結果を図10に示す。⑤、⑥および⑦の条件においては、僅かに発光する状態であり、発光強度も弱いことがわかる。

表3 測定条件一覧 (チェンバ内圧力変化)

	容器内圧力	入力電圧	DCバイアス
⑤	200Pa	100V	ON
⑥	200Pa	200V	ON
⑦	150Pa	100V	ON
⑧	150Pa	200V	ON
⑨	100Pa	100V	ON
⑩	100Pa	200V	ON

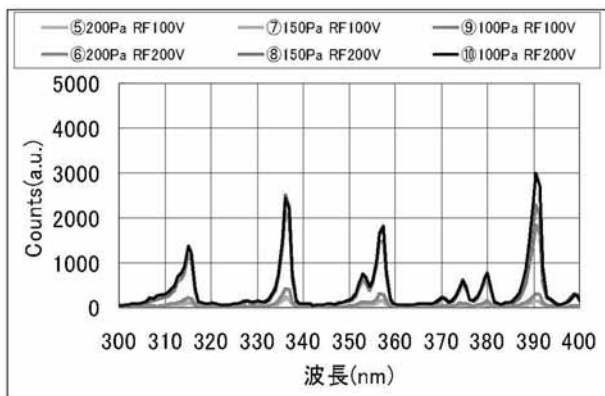


図9 測定スペクトル (300nm~400nm)

次に、容器内圧力100Paの状態ではRF電圧200Vを印加しプラズマを発生させた後、RF電圧を印加したまま窒素ガスを導入して容器内圧力を上げていった場合について測定を行った。測定を行ったプラズマ発生条件を表4に示す。これらの測定結果のうち、波長域300~400nmおよび600~800nmの結果を図11~図12に示す。

これらの測定によって、本装置の放電開始圧力の限界が200Pa前後にあることが明らかとなった。あわせて、放電が開始した後は、700Pa程度の圧力までプラズマ発生が可能であることが確認できた。

表4 測定条件一覧 (チェンバ内圧力変化-2)

	容器内圧力	入力電圧	DCバイアス
⑪	200Pa	200V	ON
⑫	300Pa	200V	ON
⑬	300Pa	100V	ON
⑭	500Pa	200V	ON
⑮	500Pa	100V	ON
⑯	620Pa	200V	ON
⑰	620Pa	100V	ON
⑱	700Pa	200V	ON
⑲	700Pa	100V	ON

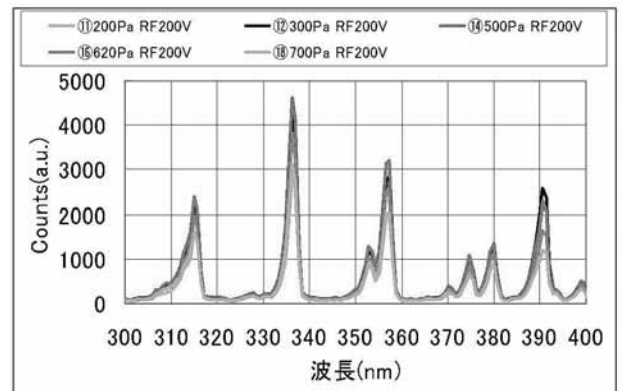


図11 測定スペクトル (300nm~400nm)

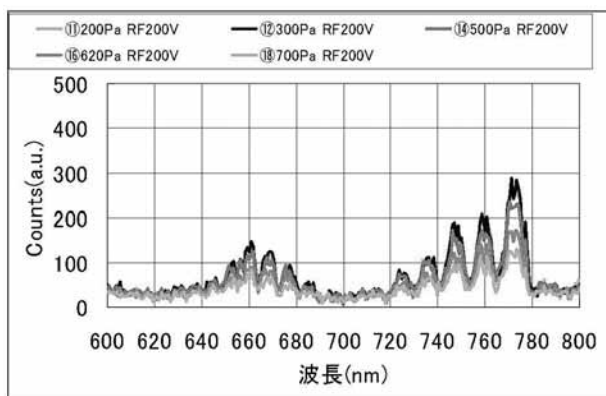


図12 測定スペクトル (600nm~800nm)

#### 4. 結 言

短時間でアルミ合金の高強度化、耐久性向上を実現するための高密度プラズマ窒化技術の確立を目指し、ガス種や圧力など様々な条件下においても瞬時にプラズマの発生を可能とする、自己整合特性を有したプラズマ装置の開発、および、DCバイアスによりプラズマを集中させることにより、効率的なプラズマ制御を可能とするプラズマ窒化処理方法についての検討を行った。

その結果、

- (1) 自己整合特性により、さまざまな条件下で安定したプラズマを発生でき、かつ低い漏洩電磁界強度であるプラズマ発生装置を開発した。
- (2) 独立したDCバイアス印加機構によるDCバイアス印加、およびチェンバ内圧力の制御によるプラズマ制御方法が明らかとなった。

今回開発した技術は、アルミ合金素材に対しての短時間、ローコストで高強度化、高耐久化付与を目指した熱処理技術であり、自動車の軽量化、情報家電製品の冷却部品など適用される分野・部品の範囲が広く、省エネ、CO<sub>2</sub>削減に大きく貢献することが期待される。今後はさらに、

- ・装置を使用したプラズマ窒化能の調査
- ・ラディカル核種の検討 (N<sub>2</sub><sup>+</sup>・NHなど)
- ・アルミ合金部品への適用検討

を行う予定である。

#### 参考文献

- 1) P. Visuttipitukul, T. Aizawa : Mater. Trans, Vol.44, No.7, p.1412-1418 (2003)