## 平成22年度戦略的基盤技術高度化支援事業

# 「小物部品のバレル式プラズマ浸炭・窒化大量処理 システムの開発研究」

## 研究開発成果等報告書

## 平成23年3月

- 委託者 近畿経済産業局
- 委託先 財団法人関西情報・産業活性化センター

目 次

(1) (2) (3)	研究の目的-1-研究の概要-1-研究体制-2-	
<b>第1章</b> 1.1) 1.2)	大容量2室方式バレル式プラズマ浸炭・窒化大量処理炉の開発研究     (株式会社東亜精機工作所)     雰囲気温度制御法の開発   ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	
<b>第2章</b>	小物部品の低温プラズマ浸炭・窒化大量処理操業システムの開発 (国友熱工株式会社) 係れた表面処理層の均一株な上び制品間の品質均一株を可能とする処理雰囲気制御	
2. 1) 2. 2) 2. 3) 2. 4)	後れた表面処理層の均一性および製品間の品質均一性を可能とする処理分囲気制御 システムの開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	
第3章	プラズマ浸炭・窒化複合表面処理層の特性評価およびデータベースの構築 (大阪府立産業技術総合研究所)	
3. 1) 3. 2) 3. 3)	プラズマ浸炭・窒化複合表面処理層の特性評価 ・・・・・・・・ 28 開発対象製品における表面硬化層の硬さ、厚さ、微細組織、成分分析および耐食性 の評価 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 30 データベースの構築 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 36	
<b>第4章</b> 4.1)	バレル式プラズマ放電特性評価(大阪大学接合科学研究所) 分光計測手法によるバレル式プラズマ浸炭・窒化処理時のプラズマ状態解析 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 37	
第5章	低温プラズマ浸炭・窒化およびこれらの複合表面熱処理による耐久性に優れた HDD スピンドルモータシャフトの開発研究(日本電産株式会社)	
5.1)	低温プラズマ浸炭・窒化複合表面熱処理による耐久性に優れた表面硬化層を形成す	
5.2) 5.3)	る無処理条件の検討 低温プラズマ窒化処理をしたモータシャフト材としての基本特性評価 ・・ 50 低温プラズマ窒化処理をしたモータシャフト材としての耐久性評価 ・・・ 51	
第6章	耐摩耗性と靱性に優れたブレーキングリブを有する新形式のタッピンねじの開発 研究(平田ネジ株式会社)	
6. 1) 6. 2)	ブレーキングリブを有する新形式のタッピンねじの設計製造 ・・・・・ 53 ブレーキングリブ付複雑形状のねじの表面に均一に表面硬化層を形成する熱処理条(	牛
6.3)	の検討 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 55 表面熱処理タッピンねじの製品基本特性評価 ・・・・・・・・・・・・ 61	
第7章	<b>全体総括</b> • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	
【プロミ	ジェクトの管理・運営(財団法人関西情報・産業活性化センター)】 ・・・ 76	
【謝辞】	••••••	

(1)研究の目的

オーステナイト系ステンレス鋼は耐食性、靭性、加工強化性に優れ、かつ非磁性という特徴があるが、軟らかい為に凝着磨耗を発生しやすく、耐摩耗性に劣る欠点がある。この様な特長を損なうことなく、表面硬度を上げて耐磨耗性を向上させる世界初の方法がS相技術として開発されている。これは350℃~500℃の低温浸炭・窒化を行うことにより、炭化クロムや窒化クロムの析出によるクロム欠乏層の形成を抑制し、耐食性や非磁性を維持した状態で表面硬化層を形成する技術である。従来の高温での浸炭・窒化処理ではステンレス鋼の耐食性は通常の鉄鋼レベルにまで著しく低下する。

耐震補強用タッピンねじとして、S相により耐食性を維持しつつ表面硬度のみを上 げてねじ込み性を付与し、かつねじの内部は高靭性の特長を生かして地震時の衝撃に 耐える新機能ねじの開発が急がれている。また我国が世界の約 60%のシェアを握る HDD 小型精密モータ用スピンドルシャフトでは、非磁性でかつS相により耐磨耗性を 付与した高品質シャフトの開発がクロムめっき品の代替として急がれている。いずれ の対象製品も小物品であり、従来の表面熱処理法では品質の確保と製造コストの低減 は困難である。

本研究では、これらオーステナイト系ステンレス鋼製小物部品のニーズと要求性能 を満足するため、同時に多数個の小物部品を 350℃~500℃の低温で処理できる大型バレル 式プラズマ浸炭・窒化複合処理装置ならびに大量処理操業システムを開発することを 目的とし、当該開発装置およびシステムを用いることにより、世界でまだ開発が成功し ていないオーステナイト系ステンレス鋼製高機能スピンドルモータシャフトおよびタッピン ねじの製品実用化を行う。

(2)研究の概要

耐久性に優れた非磁性 HDD スピンドルモータシャフトや耐食性・靭性に優れたタッピンね じ等のオーステナイト系ステンレス鋼製小物製品の低コスト・低環境負荷製造を実現するた め、同時に多数個の小物部品を 350℃~500℃の低温プラズマ浸炭・窒化処理を実施すること により、従来のプラズマ法に比較して処理コスト 3 分の 1、1 バッチ当たりの処理量 4 倍、表 面処理層厚さの均一性および製品間の品質均一性が各々目標値の 95%以上を満足できる大型 バレル式プラズマ浸炭・窒化複合処理装置ならびに大量処理操業システムの開発研究を実 施する。

#### (3)研究体制

- (3.1)研究組織および管理体制
  - 1)研究組織(全体)



総括研究代表者(PL) 国立大学法人大阪大学接合科学研究所 教授・田中 学 副総括研究代表者(SL) 国友熱工株式会社 技術顧問・種岡一男 2) 管理体制

①事業管理者

財団法人関西情報・産業活性化センター







#### 大阪府立産業技術総合研究所



## 国立大学法人大阪大学 接合科学研究所



③研究協力

## 日本電産株式会社



### (3.2)管理員および研究員

【事業管理者】財団法人関西情報・産業活性化センター

①管理員

氏 名	所属・役職	<u>実施内容(番号)</u>	
三坂 勝弘	事業推進グループ・部長	$\bigcirc$	
渡辺 智子	事業推進グループ	$\bigcirc$	

## 【再委託先】 ※研究員のみ

国友熱工株式会社

氏 名	所属・役職	実施内容(番号)
坪田輝一	代表取締役社長	②【2-1】【2-2】【2-3】
種岡一男	技術顧問	②【2-1】【2-2】【2-3】
福本満男	生産技術部	②【2-1】【2-2】【2-3】
山根裕介	生産技術部	②【2-1】【2-2】【2-3】

平田ネジ株式会社

氏 名	所属・役職	<u>実施内容(番号)</u>
坂田博史	技術開発部長(取締役)	⑥ 【6-1】【6-2】【6-3】
澤井 幹	技術開発部・主任	⑥ 【6-1】【6-2】【6-3】

### 株式会社東亜精機工作所

氏 名	所属・役職	<u>実施内容(番号)</u>
高橋良政	取締役	① 【1-2】 【1-3】
社領健二	取締役	①【1-2】【1-3】
大西圭一郎	製造課 (開発課)	①【1-2】【1-3】
林 典三	製造課 (開発課)	①【1-2】【1-3】

### 大阪府立産業技術総合研究所

氏 名	所属・役職	<u>実施内容(番号)</u>
上田順弘	機械金属部金属表面処理系・主任研究員	③【3-1】【3-2】【3-3】
榮川元雄	機械金属部金属表面処理系・主任研究員	③【3-1】【3-2】【3-3】

国立大学法人大阪大学 接合科学研究所

氏名	所属・役職	<u>実施内容(番号)</u>
田中 学	エネルギー制御学分野・教授	④【4-1】
田代真一	エネルギー制御学分野・助教	④【4-1】
津村卓也	エネルギープロセス学分野・助教	④【4-1】

【研究協力先】

日本電産株式会社

氏名	所属・役職	<u>実施内容(番号)</u>		
香山一夫	中央開発技術研究所開発研究部・課長	⑤ 【5-1】【5-2】【5-3】		
市川 操	中央開発技術研究所開発研究部・課長	⑤【5-1】【5-2】【5-3】		
小村 健	中央開発技術研究所開発研究部	⑤ 【5-1】 【5-2】 【5-3】		

実施内容(番号)については、下記参照。

- ①【1-2】雰囲気温度制御法の開発
- ①【1-3】装置耐久性の評価
- ②【2-1】優れた表面処理層の均一性および製品間の品質均一性を可能とする処理雰囲気 制御システムの開発
- ②【2-2】浸炭・窒化複合表面処理層の形成技術の開発
- ②【2-3】一般汎用部品の受託加工を目指した浸炭・窒化処理の市場調査
- ③【3-1】プラズマ浸炭・窒化複合表面処理層の特性評価
- ③【3-2】開発対象製品における表面硬化層の硬さ、厚さ、微細組織、成分分析および 耐食性の評価
- ③【3-3】データベースの構築
- ④【4-1】バレル式プラズマ放電特性評価
- ⑤【5-1】低温プラズマ浸炭・窒化複合表面熱処理による耐久性に優れた表面硬化層を形成 する熱処理条件の検討
- ⑤【5-2】低温プラズマ処理をしたモータシャフト材としての基本特性の評価
- ⑤【5-3】低温プラズマ浸炭・窒化複合表面熱処理を行った HDD スピンドルモータシャフト の耐久性評価
- ⑥【6-1】ブレーキングリブを有する新形式のタッピンねじの設計製造
- ⑥【6-2】ブレーキングリブ付複雑形状のねじの表面に均一に表面硬化層を形成する熱処理 条件の検討
- ⑥【6-3】表面熱処理タッピンねじの製品基本特性評価
- ⑦ プロジェクトの管理・運営

## 第1章 大容量2室方式バレル式プラズマ浸炭・窒化大量処理炉の開発研究 (株式会社東亜精機工作所)

1.1) 雰囲気温度制御法の開発

1. 1-1)目的

大量製品の安定した品質を得るためには製品の処理温度が重要である。本開発研究では平成2 0年度導入の大容量2室方式バレル式プラズマ浸炭・窒化大量処理炉装置の実験結果を踏まえ、 平成21年度導入の軸受け用評価装置で立証を行ないながら、大容量2室方式バレル式プラズマ 浸炭・窒化装置に改造・改善を行う。

1.1-2)内容

平成20年度導入の大容量2室方式バレル式プラズマ浸炭・窒化装置に7項目(図1.1-1) の改造を行い、生産性及び処理品質の向上をはかった。



図1.1-1 改造部分

- 1)対流加熱装置(制御+ガスヒーター)
- 2) 高出力ヒーター(前面)
- 3) 高強度バレル駆動装置(横軸駆動)
- 4) スイング用バレル及び駆動用装置
- 5) ガス導入装置
- 6) 耐食性ポンプ(N<sub>2</sub>希釈機構付)
- 7) 大型バレル
- 1. 1-3)結果

1)対流加熱装置(制御)及びガス加熱器の導入により、従来の予備加熱時間の1/3以下にて所 定の温度まで到達でき、処理時間全体を大幅に短縮した。ガス加熱器には加熱速度の早いIH方 式を採用した。これは対流加熱用導入ガスを180℃まで数分で加熱可能であり、高温ガスを導入 することにより、予備加熱時間を短縮出来た。

2)高出力ヒーター(前面)と、対流加熱装置を併用することにより、予備加熱時間の大幅な短縮に寄与した。また処理中もこのヒーターを用いることにより、プラズマの出力電圧を抑えることができ、その結果精密小物電子部品で問題となっていた放電痕の低減にも寄与した。

3)高強度バレル駆動装置の導入により、従来問題となっていた傘歯車駆動から、今回新たに開 発したプラズマ絶縁構造の横軸回転機構に変更した。これにより、駆動接続部におけるプラズマ の発生が抑制され、接続部の温度上昇を防止し、駆動の安定化に寄与した。またスライド機構も 採用することによりバレルの交換を容易にした。

4) 精密小物電子部品で問題となっていた打痕対策として、スイング用バレル及び駆動用装置を 導入した。その結果、回転式バレルで問題となっていた打痕は無くなり、また放電痕においても 微小に抑えることが出来た。

スイング用バレル導入に合わせて制御および操作画面(図1.1-2)も併せて変更した。従 来の回転方式とスイング方式の切替えが可能となった。さらにスイング速度、スイングの停止時 間を設定でき、処理製品の形状に合せた処理方法の開発が可能になった。

BUCKET2操作
マニュアル動作
ON     OFF       操作可能     操作可能
スイング制御 操作不可 操作不可
速 <mark>2.00</mark> rpm
スイング停止時間 📃 <mark>5</mark> sec
WINDOW CLOSE

図1.1-2 操作設定画面

5) 精密小物電子部品で問題となっていた放電痕及び打痕の処理工程の対策を目的としたNH<sub>3</sub> ガスを使用したプロセスの開発のため、ガス導入装置を導入した(図1.1-3及び図1.1-4)。導入にあたり排気系ポンプも耐食性にする必要があるため、項目-6)の耐食性ポンプも導 入した(図1.1-5)。これにより5系統のガスを使用したプロセスの構成が可能となった。



図1.1-3 ガス導入装置



図1. 1-4 ガスラインが追加された画面

6) NH<sub>3</sub>ガスプロセス用に導入した耐食性ポンプ(図1.1-5)は、冷却水と軸シールパージの窒素が必要となるため新たに増設した。NH<sub>3</sub>ガス使用時には排気を希釈して放出する必要があるため、ポンプの吐出部に窒素による希釈機構(図1.1-6)を設け、吐出のNH<sub>3</sub>ガス 濃度を検出するための検出器も併せて導入した。



図1.1-5 耐食性ポンプ

今回導入した耐食性ポンプの自己診断機能の異常出力信号を制御に取り込み反映させることに より、制御画面にてポンプの異常の有無の監視が可能となった。



図1.1-6 NH<sub>3</sub>希釈機構

7) 精密小物電子部品で問題となっていた打痕対策のためにスイング用バレル及び駆動用装置を 導入した結果をふまえ、スイング式の大量処理用大型バレルを導入した。これにより4,000本以 上の処理が可能になった。

1. 1-4) まとめ

平成22年度の目的である大容量2室方式バレル式プラズマ浸炭・窒化装置の雰囲気温度制御 法の開発では、大量製品の安定した品質を得るため、製品の処理温度及び炉内温度の均一化のた めの高出力ヒーター導入や、小物部品で問題となっていた打痕、放電痕対策を行った。また、駆 動方法の改善を行なった結果、処理装置として実用化が可能な水準に達した。

1.2)装置耐久性の評価

1. 2-1)目的

大量製品の安定した生産のために、平成21年度導入の軸受け用評価装置を用いて、プラズマ 放電連続運転及び長期間運転後の回転式バレルを含む装置の耐久性を評価し、実用化装置に向け た開発を行なう。

1. 2-2)内容

平成20年度導入の大容量2室方式バレル式プラズマ浸炭・窒化装置において問題になってい たベースの浮き上がりの調査を行なった。その結果、バレルの大型化により増大したバレル自重 (20 Kg)および処理の均一化用攪拌リブ(9 Kg)、処理する小物部品(5 Kg)等による総重量増 加に加え、攪拌リブによる部品重量荷重の後方への移動により、ベースの前面側が浮き上がり回転障害が発生した。対策としてベース板を固定することにより浮き上がりは解決できた。

また、真空環境おける摩擦係数の増大と、高温環境おける熱膨張、潤滑の低下により傘歯車部 分にて回転障害が発生した。これらの問題に対しては、回転部系、駆動部系の改造を行った。

平成22年度の目的である、50時間の長時間運転に耐えられる十分な強度を有するバレル容器 及び回転軸の評価のため、平成21年度導入の軸受け用評価装置を用いてスイング方式と回転方 式にてプラズマ放電連続運転を行なった。

1. 2-3)結果

当初問題になっていた駆動部分の改造に加え、軸受部やローラー部の材質や形状を変更し、さ らに固体潤滑材の採用や偏加重によるベースの浮き上がり対策を施すことにより、長時間の連続 運転においても問題なく稼動させることが出来た。

1. 2-4) まとめ

平成21年度導入の軸受け用評価装置を用い、装置各部の耐久性の評価、ならびに高強度駆動装置の事前評価を行うことにより、改造及び改善が進み、実用化に向けた基本装置として完了した。

#### 第2章 小物部品の低温プラズマ浸炭・窒化大量処理操業システムの開発

(国友熱工株式会社)

2.1)優れた表面処理層の均一性及び製品間の品質均一性を可能とする処理雰囲気制御システムの開発

2. 1-1) 目的

オーステナイト系ステンレス鋼製小物部品(HDD スピンドルモータシャフトおよびタッピンね じ等の小物部品)の商業ベースでの処理量に対して、350℃~500℃の低温プラズマ浸炭・窒化処 理を実施し、第4章と連携しながらバレル式プラズマ浸炭・窒化処理時のプラズマ状態解析結果 を活用して、表面処理層の均一性、製品間の品質均一性製品の外観的品質、ならびに炭素析出に よるススの発生に及ぼす製品投入量および処理雰囲気条件(バレル形状、内部加熱ヒーター設定 温度、バレル回転数、プラズマ放電条件、雰囲気圧力、雰囲気ガス種類および組成、加熱ヒータ 一電力、ガス流量、導入方法)の影響を明らかにする。特に、ガス導入装置および耐食性ポンプ を導入し、処理炉内における雰囲気制御の幅を拡げる。本知見を基に処理雰囲気制御システムの 開発を行い、大量処理操業システムとしての実用上の量産技術を検討する。

#### 2. 1-2) バレル形状と回転条件の最適化

平成21年度の研究成果で大容量バレル式プラズマ浸炭・窒化処理を施すには、処理品形状と 回転式バレル内の形状を最適化し、処理品をスムーズかつ均一に攪拌させることが重要であると 報告した。本年度は実用上の量産を目的に、タッピンねじおよびスピンドルモータシャフトの仕 様、要求品質を踏まえたバレル形状と回転条件の最適化を調査した。

スピンドルモータシャフトはそ の機能上、凸状の打痕や放電痕の 発生は致命傷となる。回転式バレ ル中で処理を行うと、処理品同士 のぶつかり合いや落下により、多 数の打痕が発生して品質不具合と なってしまう。

そこで、スピンドルモータシャ フトについては処理品をローラー コンベアのように転がすスイング 式バレルにより、この不具合を解 消するよう試みた。図2.1-1 にスイング式バレルの外観を示す。 スイング式バレルは小カゴおよび 幅を変えた列カゴを有する平板形 状であり、スイング動作を加える



図2.1-1 スイング式バレル

ことによりスピンドルモータシャフトが転がる構造になっている。

それぞれのカゴに試料を配して一定時間スイング動作を加え、試料の転がり状態とキズ発生の 有無を調査した。

小カゴの場合は、図2.1-2に見られるように転がり運動中に一度試料に傾きが生じたり、 90°向きを変えると、そのまま転がらない。一方、列カゴに試料を多数配すると、試料に傾きが 生じても治具が傾斜すると全試料の荷重が傾いた試料に掛かるために正常な配列に修正され、転 がり運動が持続される。また、このような列状配置による試料の配列修正効果は、治具のスイン グ速度が速くなるほど大きくなる傾向が見られた。



図2.1-2 7時間スイング実験後のダミーシャフトの外観比較 ×20

図2.1-2に50本のダミーシャフト を1列に配し、7時間スイング動作を加 えた後のダミーシャフトの外観を示す。 いずれの位置においてもダミーシャフト の外周表面には、打痕は見られず、実験 前の外観と比較して大きな差異は無く、 品質上有害なキズは発生しなかった。図 2.1-3にスイングバレル式プラズマ 窒化処理中のチャンバー内の様子を示す。

以上のように、僅かなキズや放電痕が 品質不具合となるスピンドルモータシャ フトについては、回転式バレルによるラ ンダムな処理品の攪拌運動ではなく、一



図2.1-3 スイングバレル式プラズマ窒化 処理中のチャンバー内のグロー放電状態

定の転がり運動を可能にするスイング式バレルにより大量処理を行うこととした。

平成21年度の成果報告書でタッピンねじをバレル式プラズマ窒化装置にて大量処理する場合、 回転式バレル内に攪拌羽根を取付けることにより、処理品が均一に攪拌されることを報告した。 本年度は、処理品重量5kgを装入した量産処理技術の確立を目的に研究を進めた。

当初の計画を達成するため、回転式バレルの駆動方式をモーターの回転が直接伝わるクラッチ 式に改良した。処理品重量5kgとなるようタッピンねじを装入し、7時間の連続運転を実施した 結果、回転式バレルは正常に稼動した。

350~500℃程度の環境下で長時間回転またはスイング動作を続ける本プラズマ浸炭・窒化装置

の場合は、装置の安定性や処理品の安全等の面を考慮すると、モーター回転を直接伝える単純な駆動方式が適している。

2.1-3) 内部加熱ヒーター設定温度の影響

大量処理において安定した製品品質を確保するためには、製品の処理温度が重要であり、装置 内の温度均一性が製品間の品質安定性に大きく寄与する。本装置はチャンバー内にヒーターを設 置し、[ヒーター加熱+プラズマ放電加熱]の同時加熱により処理品を均一に加熱する構造である。 強固な不動態被膜を有するオーステナイト系ステンレス鋼製品に浸炭または窒化処理するには、 プラズマ放電加熱時のスパッタリングにより不動態被膜を除去する目的でプラズマ放電を強める 必要があるが、これは逆に温度の均一性を悪くする一因でもある。

大量のオーステナイト系ステンレ ス鋼製小物部品を均一に処理するに は、ヒーター加熱の割合とプラズマ 放電加熱の割合を最適な状態でバラ ンスさせる必要がある。

図2.1-4に420℃スイングバ レル式プラズマ窒化処理中の各種パ ラメーターの変化を示す。図中の赤 線は内部ヒーター温度を、黄線はプ ラズマ放電加熱時の投入電力を、青 線は炉内制御温度を示す。

内部ヒーター設定 500℃で昇温を 開始し、炉内温度 300℃到達後にプ ラズマ放雷加熱を併用して 420℃の



図2.1-4 プラズマ窒化中のパラメーター変化

窒化処理温度まで昇温させた。炉内温度300~420℃の間は投入電力が高い状態で変動しているが、 420℃に到達してから保持する段階(窒化処理段階)に入ると投入電力は急激に低下し、低い電力 で安定している。

本プラズマ発生電源は温度制御のために、プラズマパルス停止幅を 200~800 (µ秒)の間で自 動的にコントロールする仕組みになっている。内部ヒーター設定 500℃ではその影響が大きいた めに、プラズマパルス停止幅が 800 (µ秒)のまま維持されてプラズマ放電加熱を抑制する方向 に働き、投入電力が 0.2~0.4 k w と低く維持されている。この時点でのチャンバー内 4 点の温度 バラツキは、最大 42℃と大きく、窒化ムラなどの品質不良の原因となる。

内部ヒーター設定を 420℃にすると、プラズマパルス停止幅は短くなり、チャンバー内 4 点の 温度バラツキは、制御温度 420℃に対して±4℃以内の非常に良好な温度分布となった。

2. 1-4) スピンドルモータシャフトのプラズマ窒化処理

これまでに得られたデータを基に、スピンドルモータシャフトに 425℃×8 時間のスイングバレル式プラズマ窒化処理を施し、品質均一性を調査した。

品質の確認項目は、

- ・ 打痕、スリキズ発生の有無
- ・ 放電痕発生の有無
- ・ 表面硬さバラツキの有無
- ・ 窒化S相形成バラツキの有無

以上の4項目とした。

425℃×8時間のスイングバレル式プラズマ窒化処理条件は、

- ・ ガス比 :  $N_2/H_2=300/150$  (CCM)
- ガス圧力 : 150 Pa
- スイング速度 : 2.0 (rpm)
- ステップ開始温度 : 300 (℃)

炉内温度 300℃までは内部ヒーターによるガス対流加熱昇温とし、それ以上は内部ヒーター加熱 +プラズマ放電加熱を併用して昇温およびプラズマ窒化処理を進めた。図2.1-5に処理中の 各種パラメーターの変化を示す。



図2.1-5 425℃×8時間 スイングバレル式プラズマ窒化処理の各種パラメーター変化

スイングバレル式プラズマ窒化処理時のサンプル装入状態は図2.1-1に示したとおりであ る。サンプルにはスピンドルモータシャフト製品およびダミーシャフトを用い、1列に50本のサ ンプルをローラーコンベア状に配した。図2.1-6に処理後の各装入位置サンプルの表面状態 を示す。大方のサンプル表面は金属光沢を有していたが、端部など部分的に着色しているものが ある。また、外周方向にスリキズまたは放電痕と考えられる縞状の模様が見られる。



図2.1-6 スイングバレル式プラズマ窒化処理後のサンプル表面

各サンプルを切断し、表面組織を観察した結果、いずれのサンプルも表面に 5μ m程度の耐食性 に優れた窒化層が形成されており、この層は窒化 S相と考えられる。

各列より6本のサンプル計18本を抜取り、それぞれのサンプルの外周12点の窒化S相の厚さ および外周4点の表面硬さをデジタルマイクロスコープ(倍率800)およびマイクロビッカース(荷 重:10gf)で測定した結果、S相厚さは4.75~6.05µm、表面硬さはHv733~1,128であり、本処 理方法と条件において均一な窒化S相が形成された。品質確認項目についてまとめた結果を、表 2.1-1に示す。

品質確認項目	結果		
打店フリキブ政任の右無	打痕の発生は無し、スリキズは若干外周部に		
打痕、ヘリイへ先生の有無	生じていた。		
壮震症改生の左無	外周に微小放電痕の密集する箇所が見られ		
	たが、大きな放電痕は生じていない。		
ま石頂さバラッキの左無	表面硬さ規格値は全てクリアしているが、		
衣山硬さハノノキの有無	Hv733~1,128 とバラツキ幅が大きい。		
0 22 11 11 11 11 11 11 11 11 11 11 11 11	全面に平均5µm程度のS相が形成されて		
る相岸さパノノイの有無	おり、バラツキは少ない。		

表2.1-1 425℃×8時間 スイングバレル式プラズマ窒化処理後の品質確認結果まとめ

2. 1-5) タッピンねじの回転バレル式プラズマ窒化処理

昨年度に実施したタッピンねじの回転バレル式プラズマ窒化処理実験では、処理温度 400℃および 420℃では窒化S相が形成されたが、450℃では耐食性の低い化合物層が形成された。第3章でもオーステナイト系ステンレス鋼のプラズマ窒化処理において、窒化S相-化合物層形成の遷移温度は 430~440℃であると報告している。

耐食性に優れたタッピンねじの商品化には、必要な厚さの窒化S相を短時間で均一に形成する ことが重要になる。それには可能な限り高い温度でプラズマ窒化処理を施す必要がある。以上よ り、本回転バレル式プラズマ装置における適正な窒化処理は420℃として実験を進めた。

420℃×4時間および8時間の回転バレル式プラズマ窒化処理のプロセス条件と各制御パラメー ターの変化を図2.1-7、図2.1-8に示す。共通条件は下記の通りである。

【共通条件】

- ・ 処理品 : SUSXM7 製タッピンねじ 100 本+SUS304 ダミーシャフト1本
- 対流昇温ガス量 : 2,000 (CCM)
- ・ プラズマ放電加熱開始温度 : 295℃
- ・ バレル回転数 : 0.3rpm
- 処理ガス比 : N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>=125/100 (CCM)
- ガス圧力 : 150 Pa

ステップ	1	2	3	4	5
温度(℃)	320	340	380	400	420
保持時間(粉)	20	20	20	20	240
プラズマ電圧(V)	390	420	430	440	420
Pn/(Pn+Pp)	100/200	100/200	100/200	100/200	400/500



図2.1-7 420℃×4時間 回転バレル式プラズマ窒化処理時の各種パラメーターの変化

ステップ	1	2	3	4	5
温度(℃)	330	360	400	420	420
保持時間(分)	30	30	30	30	480
プラズマ電圧(V)	390	400	420	420	420
Pn/(Pn+Pp)	100/200	100/200	200/300	300/400	400/500



図2.1-8 420℃×8時間 回転バレル式プラズマ窒化処理時の各種パラメーターの変化

420℃×4時間処理の場合、プラズマ放電加熱時の電圧が430V以上になると回転式バレル内で アーキングが多発し、投入電力量が低下するために炉内温度が低下した。プラズマ電圧を420V に下げてパルス比(Pn/Pn+Pp)を変更すると、アーキングが抑えられ、投入電力量が増加 することにより処理温度に到達した。しかし、4箇所の炉内温度は、チャンバー中央部と両端部 で大きな温度差があり、場所により2極化されている。

420℃×8時間処理時の場合は、アーキングの発生を極力抑えるためにプラズマ放電加熱時の電 圧を 390、400、420Vと低く設定し、電圧が低くても投入電力量が大きくなるようパルス比を調 節した。その結果、ガス対流昇温時に生じた各部の温度差は処理温度に近づくにつれ小さくなっ ており、420℃×4時間処理時に見られたチャンバー中央部と両端部で大きな温度差は生じていな い。更に、窒化処理が進むにつれて徐々に温度差が小さくなる挙動を示した。

回転バレル式プラズマ窒化処理の場合は、処理品がバレル内で激しく動くために処理品を静止 させて行う通常のプラズマ窒化処理に比べて、アーキングが発生し易い。それ故、プラズマ電圧 を通常より低い400~420Vとし、パルス比の調整により投入電力を高くすると同時に電力変動幅 を小さくして、安定したプラズマ放電加熱を行う必要がある。

420℃×4時間および8時間処理により形成されたダミーシャフトとタッピンねじ切刃部のプラ ズマ窒化層組織を図2.1-9に示す。



図2.1-9 420℃×4時間および8時間処理後の回転バレル式プラズマ窒化組織

ダミーシャフト表面には、4時間および8時間いずれの処理においても耐食性に優れた窒化S 相が形成されたが、タッピンねじ表面には耐食性の低い化合物層が形成されていた。タッピンね じは形状的に絡まり易く、プラズマ放電加熱時に異常放電が生じるために、切刃部などは実際の 表面温度が炉内制御温度より高くなると考えられる。各種パラメーターの適正化などにより、回 転バレル式プラズマ窒化処理の炉内温度制御精度 は向上したが、処理温度をS相一化合物層遷移温 度直下と設定したために、切刃部の温度が異常放 電により 430℃以上になったことが原因と推察す る。図2.1-10に処理品の形状を示す。

## 2.1-6) タッピンねじの回転バレル式プラ ズマ浸炭大量処理

第3章で、浸炭によるS相の場合、S相-化合物 層遷移温度は窒化のそれよりも高い 540~560℃ であるが、浸炭S相の硬さは窒化S相より少し低 くなる。また、耐食性は浸炭S相の方が窒化S相 より優れていると報告している。



タッピンねじに求められる機能、生産性を考慮 した短時間でのS相形成および前項での結果を勘

図2.1-10 処理品のダミーシャフ トとタッピンねじ

案して、タッピンねじに対して回転バレル式プラズマ浸炭処理により耐食性と耐摩耗性を兼ね備 えた浸炭S相を均一に形成して商品化に繋げる。

従来、低温で行うプラズマ浸炭処理の場合は、処理品表面にススが発生するスーチングが大き な問題点であった。この問題に対し、パルス浸炭法およびアルゴンと水素のプラズマによるスパ ッタリング効果を併用して解決を図った。

表2.1-2示す条件で回転バレル式プラズマ浸炭処理を行い、ガス組成の影響、スーチングの有無、表面硬さ測定、浸炭S相厚さ測定および組織観察を行った。

	温度 × 時間	ガス組成(Ar:H <sub>2</sub> :CH <sub>4</sub> )
$\bigcirc$	440°C × 150分	А
2	440°C × 300分	В
3	480℃ × 190分	С
4	450°C × 280分	D
5	450°C × 420分	Е

表2.1-2 回転バレル式プラズマ浸炭テスト条件

共通の処理条件は、以下の通りである。

【共通条件】

- 処理品 : SUSXM7 製タッピンねじ 500 本 (1.75 kg)
- 対流昇温ガス量 : 4,000 (CCM)
- ・ プラズマ放電加熱開始温度 : 300℃
- バレル回転数 : 0.3rpm
- ガス圧力 : 150 Pa

条件①実験において、初期のガス組成はArガス比率を高く設定していたが、プラズマ放電加 熱開始直後からアーキングが多発しプラズマ放電による加熱が出来なかった。原子量の最も大き いArガスの影響と考え、トータルのガス量が400 (CCM) 程度となるよう段階的にArガス量を

低下させた結果、アーキングが抑制された。処理品がバレル内で攪拌される 回転バレル式プラズマ浸炭では、原子 量の大きいArガス比率を下げ、代わりに原子量の小さいH<sub>2</sub>ガスの比率を 高くしてプラズマ放電加熱する必要が ある。プラズマ浸炭後の処理品にはス スの発生は無く、表面には 5.0 $\mu$  m程 度の浸炭S相が形成されていた。図2. 1-11に条件①実験後のタッピンね じの外観を示す。



図2.1-11 条件①実験後のタッピンねじの 外観

放電痕の原因となるアーキングをよ り低減するため、条件②の実験では更

にArガス比率を下げて処理を施したが、アーキングの発生頻度は条件①とほとんど差異は見られなかった。また、スーチングは無く、表面には 6.4 µm程度の浸炭 S相が形成された。

条件③は、短時間で厚い浸炭S相を形成することおよびプラズマ放電に対するH<sub>2</sub>ガス比率の 影響調査を目的に、処理温度を 480℃に上げ、H<sub>2</sub>ガス比率を高くして実験を行った。H<sub>2</sub>ガス比 率を高くすると、プラズマ放電加熱時の電流変動幅が 10~50Aと非常に高く、これに伴い投入電 力が 2. 0~6.0kwと大きくなるため、短時間で処理温度に到達した。しかし、処理品に掛かるグ ロー放電がぼやける現象が見られた。処理品表面には 180 分の浸炭で 12.0 $\mu$  m程度の浸炭S相が 形成されたが、表面硬さが Hv500 程度と目標の Hv600 以上を達成できなかった。H<sub>2</sub>ガス比率が ある値以上に高くなると、スパッタリング効果の低下またはグロー放電のぼやけによる浸入炭素 量の低下が発生する。

条件①~③の結果から、ガス組成Dで 450℃×280 分および 420 分の実験を行った。いずれの 条件においても、タッピンねじ表面には均一な浸炭S相が形成されており、表面硬さはHv600 以 上であった。

浸炭期とスパッタリングのみを行う拡散期をパルス的に繰返すことで、過剰な炭素の供給による処理品表面のスス発生を解消する。本プログラム処理時の各種パラメーターの変化を図2.1 −12に示す。浸炭期は電流値の低下に伴い投入電力が低くなり、拡散期には電流値、投入電力 共に増加する傾向が見られる。浸炭期はプラズマ放電によるCH<sub>4</sub>ガスのイオン化に大きなエネ ルギーが必要なために、このような電流値と電力値の低下がおこると考える。



図2.1-12 条件⑤450℃×420分回転バレル式プラズマ浸炭処理時のパラメーター変化
(赤:内部ヒーター温度、青:処理温度、橙:プラズマ電圧、水色:電流)

SUSXM7 製タッピンねじの回転バレル式プラズマ浸炭大量処理に向け、種々の条件でプラズマ浸炭処理を行った結果、いずれの条件においても浸炭後の処理品およびチャンバー内壁にススは発生しておらず、タッピンねじ頭部表面層には図2.1-13に見られるような耐食性に優れた浸炭S相のみが均一に形成されていた。



図2.1-13 回転バレル式プラズマ浸炭処理によりタッピンねじ頭部に
形成された浸炭S相 (塩化第二銅腐食) ×800

各条件で処理後のサンプル中よりランダムに5個を抜取り、タッピンねじ頭部外周の表面硬さ と形成されたS相厚さを測定した結果を表2.1-3に示す。

	ススの発生	形成層組織と厚さ(μm)	表面硬さ(Hv)	
440°C×150分	なし	浸炭S相、5.0μm	Hv 608.6	
440°C×300分	なし	浸炭S相、6.4μm	Hv 618.6	
480°C×190分	なし	浸炭S相、12.2μm(炭素濃	Hv 508.4	
		度が低い)		
450°C×280分	なし	浸炭S相、6.7μm	Hv 768.8	
450°C×420分	なし	浸炭S相、9.1μm	Hv 690.6	

表2.1-3 回転バレル式プラズマ浸炭処理後のタッピンねじの品質

以上の結果を基に、回転式バレルにタッピンねじ 5.0 kgを挿入してプラズマ浸炭大量処理 を行った。図 2.1-14に処理前の回転式バレル内の様子を示す。 処理条件は、

- 450℃×420分
- ・ ガス圧力:150 Pa
- ・ プラズマ放電開始温度:300℃
- ・ バレル回転数:0.3rpm
- ・ 内部ヒーター設定:450℃
- とした。

タッピンねじ500本(1.75 kg)挿入での実験時は、 プラズマ浸炭処理時の内部ヒーター温度を処理温度 と同じ450℃に設定することにより、プラズマ電流



図2.1-14 タッピンねじ5.0 kgを 挿入した回転式バレル内部

や投入電力が適正に制御されてプラズマ放電が安定し、均一な浸炭S相が形成された。しかし、 処理品重量5.0kgの場合は、図2.1-15に見られるように処理品加熱に必要な熱量が大きく なるため、内部ヒーター温度450℃では炉内の制御温度(浸炭処理温度)が低下する。プラズマ 放電を安定させるには、内部ヒーター温度を500℃とする必要があった。



図2.1-15 タッピンねじの回転バレル式プラズマ浸炭大量処理時の パラメーター変化

図2.1-16にタッピンねじ大量処理中の回転式バレル内の様子を、図2.1-17に処理後のタッピン ねじ外観を示す。プラズマ浸炭後のねじにはススの発 生による黒ずみは無く、外観色は未処理品と比較して も大差は見られない。僅かに金属光沢が低下した状態 であった。

大量処理後のタッピンねじ中からランダムに 20 本 22を抜取り、頭部外周の表面硬さをマイクロビッカース 硬度計(荷重 10 g f)で測定した結果を図 2.1 - 18に示す。



図2.1-16 大量処理中の 回転式バレル内部



図2.1-17 大量処理後のねじ外観 (下段は未処理品)



図2.1-18 タッピンねじ大量処理に おける表面硬さのバラツキ

回転バレル式プラズマ浸炭窒化大量処理装 置の実用化に向けて、オーステナイト系ステ ンレス鋼製のタッピンねじにプラズマ浸炭大 量処理を施した。その結果、処理品にススの 発生は無く、図2.1-19に示すような浸 炭S相の形成により、ねじ頭部の表面硬さは 浸炭により目標のHv600以上を達成していた。 回転式バレルによる小物部品のプラズマ浸炭 大量処理においても、製品間の品質均一性確 保は可能と考える。



図2.1-19 大量処理により形成された 浸炭S相 ×800

2.2) 浸炭・窒化複合表面処理層の形成技術の開発

2. 2-1)目的

浸炭S相は窒化S相に比べ、硬さは低いが靭性と耐食性に富む、窒化S相は硬さは高いが靭性 が低い。これら相反する特性を組合わせた複合表面処理層を低温プラズマ処理でオーステナイト 系ステンレス鋼製品に形成する処理技術の開発を行う。

2. 2-2) スピンドルモータシャフトのスイングバレル式プラズマ窒化処理品質

HDD ドライブ用スピンドルモータシャフトはその機能上、外周部には均一な窒化S相の形成と 高い表面粗度が求められる。2.1-4項で述べた条件でプラズマ窒化処理を施したスピンドル モータシャフトを日本電産㈱殿にて耐食性を確認して頂いた結果、外径の非研摩部分に腐食が発 生した。表面ミクロ組織観察の結果、腐食の生じている部分には窒化S相が疎らで、最外径の研 摩部にのみ均一に窒化S相が形成されているとの報告があった。

処理品をローラーコンベア状に配するスイングバレル式プラズマ窒化処理では、処理品に対し てグロー放電が均一に発生する。上図のように窒化S相の形成が研摩部と切削加工面(非研摩部) とにくっきりと分かれていることより、加工状態の違いが処理品表面の不動態被膜の厚さ等に差 異を生じていると考える。非研摩部の不動態被膜が強固であり、プラズマ窒化処理時の窒素およ び水素プラズマによるスパッタリングでは十分に除去出来ず、窒素が侵入固溶出来なかったもの と考えられる。

2.2-3)スピンドルモータモータシャフトのスイングバレル式プラズマ浸炭窒化複合処理

放電痕の発生を抑制しつつ強固な不動態被膜を除去するため、プラズマ電圧を高くして水素プ ラズマのみでスパッタリングを行うプラズマ窒化処理を施したが、研摩部および非研摩部ともに 窒化S相の形成は疎らであった。

すでに報告したように、表面に強い塑性加工を受けるタッピンねじのプラズマ浸炭処理において、均一な浸炭S相が形成された。そのため、プラズマ浸炭の効果を期待してスイングバレル式 プラズマ処理による浸炭-窒化複合S相の形成を試みた。 【処理条件】

- 425℃×8 時間 (浸炭:4 時間 + 窒化:4 時間)
- 処理品 : スピンドルモータシャフト + ダミーシャフト
- 対流昇温ガス量 : 3,000 (CCM)
- ・ プラズマ放電開始温度 : 300℃
- スイング速度 : 2.0 (rpm)
- 内部ヒーター設定温度 : 425℃

浸炭処理は【浸炭-拡散】を繰返すパルス浸炭法を4時間行い、その後、4時間の窒化処理を施 した。浸炭期から窒化期に移るとプラズマ電流値は高くなる傾向を示した。電流値が高くなると アーキングの発生頻度が高まるため、放電痕発生の要因となる。そのため、第4章の知見に基づ き、窒化処理時のガス比率を $N_2/H_2=300/300$  (CCM) とした。

図2.2-1に処理前後のスピンドルモータシャフト外観比較を示す。425℃×8時間のプラズ マ浸炭窒化を施しても、処理品表面には有害な打痕、キズおよび放電痕は生じておらず、処理前 後の外観に大きな差異は見られない。



図2.2-1 処理前後のスピンドルモータシャフト外観比較

プラズマ浸炭窒化処理サンプルの表面硬さ、層形成状態および形成層厚さを調査した。

表面硬さは、径の最も大きいサンプル中央部(研摩加工部)について4方向をマイクロビッカ ース硬度計(荷重25gf)で測定し、形成層は研摩加工を施した最大径部と窒化処理でS相が疎ら であった窪み部および小径部について観察した。表2.2-1に表面硬さとS相厚さの測定結果 を示す。

表面硬さは、サンプル単体の中ででも測定部位により差は見られるものの、Hv673~1,098と高く、浸炭または窒化により硬化されていた。

形成層は、内側に浸炭S相、外側に窒化S相の2層構造となっており、研摩加工を施した最大 径部では均一な浸炭窒化S相が形成されていた。内層と外層を併せた全S相厚さは、7.7~8.9μ m程度、内層(浸炭S相)は4.2~4.9μm程度であった。小径部のS相も比較的均一に形成され ていたが、全S相、内層(浸炭S相)ともに最大径部に比べて薄くなっていた。窪み部では、内 側の浸炭S相は均一に形成されていたが、外側の窒化S相は途切れている箇所が見られ、厚さも 不均一であった。図2.2-2に最大径部と窪み部の浸炭窒化複合S相組織を示す。



×500 (最小目盛り10µm)

図2.2-2 プラズマ浸炭窒化処理後の複合S相

ľ	$\setminus$	最大径部表面硬さ(Hv)					S層厚さ( <i>μ</i> m)			
	$\left  \right\rangle$						最大径部		小径部	
		А	В	С	D	平均	全S層	内層	全S層	内層
	1	1003	974	946	1098	1005	7.71	4.23	6.41	3.3
	2	847	1003	724	1098	918	7.94	4.69	5.76	3.99
	3	724	894	946	946	878	8.18	4.91	6.78	3.53
	4	782	673	946	946	837	8.42	4.43	7.11	3.51
	5	946	920	920	1033	955	8.89	4.46	6.89	3.53

表2.2-1 プラズマ浸炭窒化処理後の表面硬さとS相厚さ

数 $\mu$ m程度のS相厚さを測定するため試料調整時や測定の誤差が大きく影響すると考えられる が、表2.2-1のS相厚さ値から算出される『浸炭S相/窒化S相』の厚さ比率は、概ね1/1 と考えられる。これは浸炭時間と窒化時間の比率(4時間/4時間)に対応しているが、浸炭期は 浸炭-拡散のパルス法のため、実際に浸炭ガス(CH<sub>4</sub>)を流入している時間は半分の2時間であ る。このことより、今回の処理条件では浸炭S相形成の速度が窒化S相形成速度より速くなって いたと推察する。また、浸炭S相は研摩部および非研摩部に関わらず比較的均一に形成されるこ とが確認された。

2. 2-4) スイングバレル式プラズマ浸炭窒化大量処理法の妥当性確認

これまでの研究でスイングバレル式プラズマ浸炭窒化処理により、スピンドルモータシャフト に対して打痕、キズおよび放電痕の発生を抑制し均一な浸炭S相または窒化S相およびこれらの 複合S相の形成が可能となった。本技術の実用化に向けてスイング式大型バレルを用いて、バレ ル内の各位置における表面硬さと形成層厚さのバラツキを調査し、本技術の妥当性を確認した。

図2.2-3にスイング式大型バレルにおけるサンプル挿入位置を示す。



図2.2-3 スイング式大型バレルにおけるサンプル挿入位置

スイング式大型バレルは1列に約60本のスピンドルモータシャフトがローラーコンベア状に挿 入でき、合計4,600本程度を処理できる。バレル本体が任意の角度、前後にスイング動作するこ とにより、処理品が隙間の距離だけ転動を繰返す。ガスは図の右側面から導入され、中央部の底 から排気されるため、第4章の知見により、図中①で示す列に配したサンプルのプラズマ放電が 最も弱くなると推測される。プラズマ浸炭窒化処理条件は、前項と同じとした。サンプルはSUS304 鋼製スピンドルモータシャフトとダミーシャフト合わせて360本とした。表2.2-2に表面硬 さ測定結果の一部を示す。導入ガスの対流が懸念される①~③列のサンプル表面硬さとガス導入 口に近い④、⑥列のサンプル表面硬さの間には大きなバラツキは見られず、対流加熱装置が効果 的に働いたことにより、どの位置においても浸炭窒化S相の形成による表面硬化が確認された。

プラズマ放電が最も弱くなると推測された①列-奥側サンプルの表面ミクロ組織を図2.2-4 に示す。最大径部(研摩部)、小径部(非研摩部)の表面性状の違いにより形成層厚さに差異は認 められるものの、いずれの部位にも均一な浸炭窒化複合S相が形成されている。

1列の処理品挿入本数および転動距離を最適化し、各種パラメーターを微調整することにより、 本大量処理法での製品間の品質均一性確保は可能と考える。

		表	面硬さ(H	lv)	
	А	В	С	D	平均
①-奥	946	920	824	894	896
②-中	1132	946	724	660	866
③-前	946	946	946	946	946
④-前	1068	946	974	946	984
6-奥	974	1064	946	974	990

表2. 2-2 大型バレル各位置のサンプル表面硬さ



図2.2-4 大型バレル左上部-奥に挿入したスピンドルモータシャフトの表面ミクロ組織 800倍

2.3)表面処理層の均一性および製品間の品質均一性の確認

2.3-1)目的

オーステナイト系ステンレス鋼製小物製品(HDDスピンドルモータモータシャフトおよ びタッピンねじ等の小物部品)の商業ベースでの処理量に対して350℃~500℃の低温プラ ズマ浸炭・窒化処理を実施し、表面処理層の均一性、製品間の品質均一性95%以上、なら びに製品の外観的品質を満足する大量処理操業システムとしての実用上の量産技術を確 立する。

2.3-2) 内容

平成20年度に導入されたバレル式プラズマ浸炭窒化大量処理装置を用いて、以下に示 す処理条件でSUSXM7製タッピンねじ5.0kgにプラズマ窒化処理、あるいはプラズマ浸炭処 理を施した。表面処理層の均一性と製品間の品質均一性については、タッピンねじの頭部 に形成された窒化処理層および浸炭処理層の厚さを断面ミクロ組織写真から計測して評 価した。

① 回転バレル式プラズマ窒化処理条件

- 400℃×4時間
- ・ バレル回転数:0.1rpm
- ・ 対流昇温ガス流量、圧力:2,000 (CCM)、600Pa
- ・ プラズマ放電開始温度:295℃
- ② 回転バレル式プラズマ浸炭処理条件
  - ・450℃×7時間
  - ・バレル回転数:0.3rpm
  - ・対流昇温ガス流量、圧力:2,000 (CCM)、600Pa
  - ・ プラズマ放電開始温度:300℃

• 浸炭/拡散パルス:浸炭/拡散=30/40(分)×6サイクル

#### 2.3-3) 結果および考察

図2.3-1に①の条件でプラズマ窒化処理を施したねじのミクロ組織写真を示す。撮 影部位は頭部裏側のリブ先端である。リブ先端における硬化層はブレーキング効果を発揮 する上で最も重要となる要素である。



図2.3-1 タッピンねじに形成された窒化処理層のミクロ組織写真(リブ先端) ※ a),b)は同一のねじにおける異なるリブを撮影

図2.3-1に示すように、リブの先端には4.3~5.1 $\mu$  mの厚さの窒化層が形成できている。ミクロ組織観察のための研磨作業に伴い、窒化層自体の脆性によって脱落してしまっている箇所を除けば、リブ部先端における組織が複雑に入り組んだ部位にも窒化層が形成できていることがわかる。図2.3-1には同一のタッピンねじにおける2箇所のリブに形成された窒化処理を示している。1本のタッピンねじには4箇所のリブが存在するが、それぞれのリブにおける窒化層の平均厚さは、それぞれ、4.3 $\mu$ m、4.3 $\mu$ m、4.2 $\mu$ m、4.4 $\mu$ mであった。従って、4箇所のリブ部全体の窒化層の厚さは4.3±0.1 $\mu$ mであり、窒化層の厚さに対するばらつきの幅を5%以下に抑えることができた。

次に、1バッチで処理をしたねじの製品間の表面処理層の均一性を評価するため、複数 本のねじについて浸炭処理層の厚さを測定した。図2.3-2に②の条件でプラズマ浸炭 処理を施したねじのミクロ組織写真の一例を示す。撮影部位は頭部表側の平坦な箇所であ る。

20本のねじについて同様に浸炭処理層の厚さを測定した結果、浸炭処理層の厚さの平均 値は7.50 $\mu$ m、標準偏差は0.54 $\mu$ mであった。製品の95%が規格値を満たすように膜厚の 下限値を設定すると仮定すると、その下限値は上述の平均値と標準偏差から6.60 $\mu$ mと計 算できる。以上のことから、製品間の品質均一性95%を達成するためには、製品として必 要な最低限の処理層厚さに対して、およそ14%増し{=(7.50 $\mu$ m-6.60 $\mu$ m)/6.6 $\mu$ m}の厚 さを狙って処理層を形成すればよいことが確認できた。



図2.3-2 タッピンねじに形成された浸炭処理層のミクロ組織写真(頭部表側平坦部)
※ a), b), c), d)は、同一バッチで浸炭処理をした異なるねじを撮影

図2.3-3に②の条件でプラズマ浸炭を施したタッピンねじの外観を示す。図中下部 のねじは未処理品であるが、浸炭処理後の外観色は未処理品と大差無く、ススの発生によ る黒ずみも見られない。

大量処理においても炭素の析出によるス スの発生無く、外観品質上問題ないことが 確認された。

2. 4) 一般汎用部品の受託加工を目指し た浸炭・窒化処理の市場調査

2. 4-1)目的

鋼製の一般汎用小物部品や小物精密部品お よび機械部品に対して、要求される表面処理 層の均一性および製品間の品質均一性を調査 し、それらをバレル式プラズマ浸炭・窒化処



図2.3-3 プラズマ浸炭後のねじ外観

理した場合を想定して、コストおよび波及効果など当該開発表面処理システムの市場調査と動力 伝達用部品や圧力制御部品などへの応用の可能性調査を行う。

#### 2. 4-2)内容

当該表面処理システムはオーステナイト系ステンレス鋼製小物部品を主な対象としているため、 ステンレス鋼を使用する機械部品について市場調査を行った。当該システムが開発途上にあるこ と、調査段階では機密保持の観点から詳細な製品仕様を提出できない等の事情で、バレル式プラ ズマ浸炭・窒化処理の応用可能性程度にとどまった。

#### 2. 4-3) バレル式プラズマ浸炭・窒化処理の応用可能性

#### ①過給機用部品への応用

低燃費、CO<sub>2</sub>排出規制の観点から、自動車用内燃機関には過給機を搭載するケースが増えて いる。この過給機部品は高温の廃ガスにさらされるため、SUS310S や316Lなどのオーステナイト 系ステンレス鋼が使用される。過給機を構成する部品は耐高温酸化性と摺動摩耗特性を要求され

るために、表面層にCrC被膜やCrN被膜を10 ~20µm 程度形成して使用するが、基材中には炭 素や窒素が少ないためにこれらの被膜形成の前に 下地処理として、浸炭や浸窒処理を施している。 従来のプラズマ浸炭や窒化法は生産性が悪く、コ スト高となるために現状は特殊なガスを用いて 26時間程度浸炭し、その後に処理品表面に生じた ススをバレル処理により除去している。(図2.4 -1参照)

これらの部品に対して当該開発システムと今年 図 度得られた知見を活用して、バレル式プラズマ浸 中 炭処理を施すことにより、浸炭時間の短縮とスス除去工 程の省略が可能となるため、加工コストの低減と リードタイムの短縮が期待できる。



食品や医薬品を製造するラインの動力伝達部品や搬送装置には、衛生上の観点から耐食性を有 するステンレス鋼製チェーンが使用される。オーステナイト系ステンレス鋼は耐食性に優れるが、 耐摩耗性が低いためにマルテンサイト系ステンレス鋼に焼入れ・焼戻し処理を施して代用してい る場合が多い。

これらのチェーンは、リンクプレート、リンクピン、ローラーおよびブッシュなど多くの小物 部品で構成されており、回転バレル式またはスイングバレル式プラズマ浸炭・窒化処理により、 本来必要とされる機能を付与できる。

図2.4-1 過給機用リンクピン(左、 中央)と食品機械用チャーン部品

## 第3章 プラズマ浸炭・窒化複合表面処理層の特性評価およびデータベースの構築 (大阪府立産業技術総合研究所)

3.1) プラズマ浸炭・窒化複合表面処理層の特性評価

3. 1-1)目的

オーステナイト系ステンレス鋼に対する低温プラズマ浸炭および低温プラズマ窒化の 複合処理を施し、処理層の基礎的特性を評価する。特に効率的に硬化層を形成するための 複合処理条件の確立を目的とする。

3.1-2)内容

低温プラズマ浸炭処理と低温プラズマ窒化処理では臨界温度(耐食性に優れたS相が形 成できる限界温度)が異なることが知られている。表3.1-1に、SUS304とSUS316にお ける臨界温度を示す。プラズマ浸炭処理における臨界温度はプラズマ窒化処理における臨 界温度よりも100℃程度高いことがわかる。浸炭処理あるいは窒化処理は鋼中における炭 素あるいは窒素の拡散現象を利用していることから、より短時間に厚い硬化層を得るため にはより高い温度で処理することが望ましい。このため、プラズマ浸炭処理とプラズマ窒 化処理を逐次に行う場合には、両者を同一の温度で処理するよりも、2段階の温度を組み 合わせ、プラズマ浸炭処理を施した後に窒化処理における臨界温度以下まで温度を下げて プラズマ窒化処理を施す方が効率的である。

	プラズマ浸炭	プラズマ窒化
SUS304	$540 \sim 560$	430~440
SUS316	$540 \sim 560$	450~470

表3.1-1 SUS304とSUS316におけるS相形成の臨界温度 (℃)

以上のような考察に基づき、処理温度の最適化による複合処理の最適化の可能性につい て検討を行った。

市販のオーステナイト系ステンレス鋼2種類(SUS304, SUS316)について低温プラズマ 浸炭処理と低温プラズマ窒化処理をそれぞれ異なる組み合わせの処理温度で施し、複合処 理層の基礎的特性(硬さ、厚さ、微細組織、成分分析)を評価した。

#### 3.1-3) 実験

表3.1-2に実験に用いた鋼材の化学成分を示す。試料は1,030℃で45分保持後急冷の固溶化熱処理を行って実験に供した。試料の形状は25×50mm、厚み5.0mmで#120~1,200までのエメリー紙で研摩した後、3 $\mu$ mのダイヤモンドペーストを使用して鏡面に仕上げ、処理前にアセトンで脱脂、洗浄を行った。プラズマ処理はDCプラズマ浸炭・窒化装置を使用した。プラズマ浸炭処理は5TorrのCH<sub>4</sub>-H<sub>2</sub>-Ar(5:45:50)混合ガス中で500℃の処理温度で4時間の処理を行った。プラズマ窒化処理は5TorrのN<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>(80:20)の混合
ガス中を用いて、処理温度や処理時間を変化させて処理を行った。それぞれの処理条件を 表3.1-3に示す。

表3.1-2 試料の化学組成

	С	Si	Mn	Р	S	Ni	Cr	Mo	Cu
SUS304	0.06	0.04	0.94	0.037	0.003	8.3	18.8	0.21	0.31
SUS316	0.04	0.70	0.94	0.030	0.003	10.2	17.0	2.34	0.24

(mass%)

表3.1-3 複合処理条件

	プラズマ浸炭(PC)条件	プラズマ窒化(PN)条件		
1				
2	$E00^{\circ}C \times 4$ h	430°C ×2 h		
3	500 C × 4 h	$430^{\circ}\mathrm{C} \times 4 \mathrm{h}$		
4		$450^{\circ}\mathrm{C} \times 4 \mathrm{h}$		

表面分析はグロー放電発光分析(GDS)で行った。グロー放電発光分析装置は理学電機 社製System3860を使用し、アノード径 φ 4mm、アルゴン流量200cc/min、13.56MHz、40Wの 高周波一定電力により深さ方向の元素分析を行った。

3.1-4)結果および考察

図3.1-1に各試験片の表面に形成された処理層の断面ミクロ組織写真を示す。エッ チングにはマーブル液(塩酸と飽和硫酸銅水溶液の等量混合液)を用いた。また、図3. 1-2にGDSにより測定した、炭素と窒素の深さ方向のプロファイルを示す。

プラズマ浸炭後にプラズマ窒化を施した試験片の場合、ミクロ組織における浸炭層と窒 化層の区別は明瞭ではなかった。唯一、SUS304における「④PC500x4+PN450x4」において は浸炭層と窒化層が明瞭に分かれているが、これは、SUS304における窒化処理の臨界温度 (430~440℃)を上回る450℃で窒化処理を施したために耐食性の低い窒化層が形成され、 ミクロ組織観察において窒化層内に黒い組織がまばらに分布したためである。

一方、図3.1-2に示した炭素と窒素の濃度プロファイルからは、複合処理層におい て浸炭層の表面側に窒化層が形成されている様子が明瞭に観察される。

図3.1-1からは、SUS304に浸炭窒化複合処理を施した場合に耐食性に優れた表面処 理層が形成される臨界温度は、430~450℃であることがわかる。同様に、SUS316に対して 複合処理を施した場合には450℃でも耐食性の低下は見られず、複合処理においても臨界 温度が450℃を上回っていることがわかる。ここで、表3.1-1に示したS相形成の臨 界温度と比較すると、複合処理における臨界温度は窒化処理におけるS相形成の臨界温度 とよく一致している。

このことから、プラズマ浸炭とプラズマ窒化の複合処理を施す際には、改めて複合処理 における臨界温度を決定しなおす必要はなく、浸炭処理における臨界温度と窒化処理にお ける臨界温度を考慮して複合処理の条件とするのみでよいことが明らかとなった。



図3.1-1 複合処理層の断面ミクロ組織





図3.1-2 GDSにより測定した、複合処理層の炭素・窒素濃度プロファイル

3.2)開発対象製品における表面硬化層の硬さ、厚さ、微細組織、成分分析および耐食 性の評価

3. 2-1)目的

開発対象であるHDDスピンドルモータシャフト及びタッピンねじの低温プラズマ浸炭・ 窒化複合表面処理層について、ミクロ組織観察、処理層の厚さの測定、耐食性の評価を行 うことにより、開発対象製品の開発支援を行う。

3. 2-2)内容

バレル式プラズマ浸炭・窒化処理装置を用いてプラズマ処理を行ったスピンドルモータ シャフトおよびタッピンねじについて、表面処理層の評価の一部を担当した。スピンドル モータシャフトでは、新しく作製したスイング用バレルを用いてプラズマ浸炭窒化処理を 施した部品について、これらの効果を確認するために、表面処理層の断面ミクロ組織観察 を行った。また、タッピンねじでは、大量処理を行ったタッピンねじについて、表面処理 層の均一性と製品間の品質均一性を評価し、ねじ頭部の耐食性の評価を行った。得られた データは開発対象製品の開発支援のため他の再委託先に提供した。

3. 2-3) 実験

提供された対象製品およびプラズマ処理条件の詳細は第2章、第5章、第6章の当該箇 所を参照されたい。ミクロ組織の現出は、いずれもマーブル液(塩酸と飽和硫酸銅水溶液 の等量混合液)を用いたエッチングによる。

タッピンねじ頭部の耐食性の評価は塩水噴霧試験により行った。塩水噴霧試験は、スガ 試験機㈱製CAP-90を用いて、「JIS Z2371 塩水噴霧試験 – 中性塩水噴霧試験—」に準拠 して行った。

3. 2-4) 結果および考察

(1) スピンドルモータシャフト

図3.2-1に425℃×8時間のプラズマ浸炭窒化処理を施したモータシャフトのミクロ 組織を示す。a)に示した最外周部には、最表面に窒化層、その下に浸炭層の2層からなる 表面処理層がほぼ均一に形成できている。一方、b)に示したくびれ底部では窒化層が形成 されていない箇所がところどころに見られるが、浸炭層はほぼ途切れずに均一の厚さで形 成できている。これまでに、浸炭のみ、あるいは窒化のみの処理を施した場合に、くびれ 部において処理層が全く形成されないことがあったが、浸炭窒化処理では少なくとも浸炭 層は均一に形成できている。このことから、浸炭窒化処理は表面処理層の均一化に効果が あると言える。



図3.2-1 スピンドルモーターシャフトミクロ組織(425℃x8h 浸炭窒化)
a) 最外周部 b) くびれ底部

(2) タッピンねじ

以下の4条件でプラズマ浸炭処理を施したタッピンねじについて、塩水噴霧試験を施した(実験条件の詳細は(2.1-6)を参照)。

- ① 440°C  $\times$  2.5h
- ②  $440^{\circ}C \times 5.0h$
- (3) 450°C × 4.7h (450°C × 280min)
- (4) 450°C × 7.0h

図3.2-2に塩水噴霧試験に4時間供した後のねじ頭部の外観写真を示す。いずれの ねじも赤錆が発生しており、耐食性が大きく劣化していることがわかる。



図3.2-2 4時間の塩水噴霧試験後外観写真 a) ①440℃×2.5h, ②440℃×5.0h b) ③ 450℃×4.7h, ④450℃×7.0h

プラズマ窒化処理、あるいはプラズマ浸炭処理では、表面に形成された硬化層のさらに 外側に、耐食性に劣る異常層が形成される場合があることが知られている。図3.2-3 に②440℃×5hのタッピンねじの頭部の断面ミクロ組織を示す。浸炭層の外側に極薄い異 常層が形成されていることがわかる。



図3.2-3 タッピンねじ頭部ミクロ組織 (②440℃×5h 浸炭処理)

ステンレス鋼を用いた各種製品の製造工程では、その最表面に耐食性に劣る層が形成さ れる、あるいは付着してしまうことは、例えば溶接部近傍などにおいてよく起こる現象で ある。こうした場合には、酸洗いと呼ばれる手法により耐食性に劣る領域を溶解除去し、 耐食性の改善を図ることが多い。そこで、浸炭処理を施したタッピンねじに対して、この 酸洗い処理を施すことによる耐食性の改善について検討した。

酸洗い処理は以下の工程で施した。(2%フッ酸+13%硝酸)水溶液に約15秒浸漬して 酸洗いし、すばやく水洗した後、再び不動態皮膜を形成させるために50%硝酸水溶液に5 分間浸漬した。図3.2-4に酸洗い+不動態化処理後のタッピンねじの頭部の断面ミク ロ組織を示す。異常層のみが除去され、浸炭層が最表面に露出していることがわかる。



図3.2-4 酸洗い+不動態化処理後のミクロ組織 (②440℃×5h 浸炭処理)

①~④の4条件で浸炭処理を施したタッピンねじについて同様に酸洗い+不動態化処理 を施し、塩水噴霧試験に供した。図3.2-5に24時間塩水噴霧試験後のねじ頭部の外観 写真を、図3.2-6に168時間(7日間)の塩水噴霧試験後の外観写真を示す。浸炭処理 したままのねじでは4時間の塩水噴霧試験ですでに頭部全体に赤錆が発生したが、酸洗い +不動態化処理によって耐食性が大幅に改善された結果、24時間、168時間、いずれの塩 水噴霧試験でも、ねじの頭部に赤錆は発生していない。(ここで、図3.2-5および図 3.2-6においてねじの足元に赤錆が垂れているのは、ねじと治具の隙間で発生した赤 錆が流出したものである。)

以上のことから、プラズマ浸炭処理を施したねじは、最表面に薄い異常層が形成される ために耐食性が劣化してしまうが、この異常層を酸洗いによって除去することにより、優 れた耐食性を示すことが確認できた。



図3.2-5 酸洗い+不動態化処理を施したタッピンねじにおける、24時間塩水噴霧 試験後の外観写真



図3.2-6 酸洗い+不動態化処理を施したタッピンねじにおける、168時間塩水噴霧 試験後の外観写真

- 3.3) データベースの構築
- 3. 3-1)目的

オーステナイト系ステンレス鋼への低温プラズマ窒化・浸炭処理の実用化および普及に 向け、本研究で得られたデータやノウハウを他の技術者、研究者が利用しやすい形で整理 する。

3. 3-2)内容

本研究を通じて得られたデータは、逐次、他の再委託先のメンバーに対して報告してい る。また、推進委員会を通じて、データとノウハウの共有に努めている。さらに、本年度 は、プロジェクト参画企業以外の技術者、研究者に対する技術の普及のため、下記の発表 会および論文投稿を通じて、成果の公表を行った。

#### 記

- 1 タイトル 低温プラズマ窒化・浸炭法によるオーステナイト系ステンレス鋼の表面硬 化処理
  - 発表会 大阪府立産業技術総合研究所平成22年度研究発表会
  - 年月日 平成22年11月10日
- 2  $\beta \neq \beta \end{pmatrix}$  Effect of additive alloying element on plasma nitriding and carburizing behavior for austenitic stainless steels
  - 掲載紙 Surface & Coatings Technology, 205 (2010) S246-S251.
  - 年月日 平成22年8月3日

## 第4章 バレル式プラズマ放電特性評価 (大阪大学接合科学研究所)

4.1)分光計測手法によるバレル式プラズマ浸炭・窒化処理時のプラズマ状態解析4.1-1)目的

前年度に引き続き、種々の処理パラメータ(バレル回転数、プラズマ放電条件、雰囲気 圧力、雰囲気ガス組成、加熱ヒーター電力)がバレル容器内のプラズマ発光スペクトルに 及ぼす影響に関する基礎データを更に充実させる。第2章と連携しながら、バレルプラズ マ浸炭・窒化処理後の部品の処理状態と当該基礎データを比較検討することにより、複 雑形状な部品表面に均一に表面硬化層が形成される学術的な裏付けを行い、小物部品の低 温プラズマ浸炭・窒化大量処理操業システムの開発に資する。

4.1-2)内容

バレル式プラズマ窒化処理における窒化層形成メカニズムを解明し、窒化条件選定のた めの情報として供することを目的として、雰囲気ガス組成の違いがプラズマ状態ならびに 窒化層形成に及ぼす影響を検討した。また、大量操業処理システムの開発に資することを 目的として、バレル内での窒化処理の均一性を評価し、これに影響を及ぼす要因を明らか にした。

4.1-3) 実験

実験装置構成を図4.1-1に示す。装置は真空チャンバとその内部に配置されたバレ ル容器、光学レンズ系(及び光学系支持台)、光ファイバ、分光器、データ処理用PCから構 成される。分光器内には回折格子光学系が取り付けられている。図4.1-2にバレル容 器外観写真を示す。バレル容器内部に窒化対象部品を配置し、写真内右側に見られるバレ ル回転軸に取り付けられたモータによりバレル容器を回転させる。バレル容器側面には分 光計測用穴が設けられており、この穴が真空チャンバの窓の方向を向いた角度においてバ レル容器内のプラズマの分光計測を行うことができる。写真内中央に見られる白色の筒は 分光計測用冶具であり、バレル容器回転時に側面に設けられた分光計測用穴からの部品の 落下を防止する。図4.1-3はバレルプラズマ外観及び光学系外観の写真である。分光 計測用穴を通して窒素プラズマ特有の紫色の発光が観測されている。この真空チャンバ窓 からのプラズマ光は、外部に配置された光学レンズ系により光ファイバ先端部に集光され る。この集光されたプラズマ光は分光器に導入され、波長250nm~850nmに対して波長分解 能0.1nm、露光時間1秒で計測された。計測データは処理用PCに転送され解析される。

雰囲気ガス組成の違いがプラズマ状態ならびに窒化層形成に及ぼす影響を検討するこ とを目的とした実験に関する、主要な実験条件を表4.1-1に示す。本実験ではN<sub>2</sub>-H <sub>2</sub>混合ガスを用い、導入する各ガス流量を調整することにより雰囲気ガス組成を制御して いる。雰囲気ガス中のN<sub>2</sub>ガスの混合率を指標とすることとし、これを0~1まで0.1毎に設 定し実験を行った。各実験に共通する条件として、ガス圧力(バラトロン真空計)を約180P a、投入電力を約1,200W、パルス0N時間を250 $\mu$ s、パルス0FF時間を100 $\mu$ s、窒化時間5時 間、処理部品数(モータシャフト)を20個とした。窒化温度は450℃とし、熱電対により測 定される温度が目標温度になるようヒーター温度を随時調整した。

窒化処理の均一性評価試験においては、真空チャンバ上蓋に3カ所測定用ポートを設け て実験を行った。実験装置構成を図4.1-4に示す。図中、L、C、Rと書かれたポート から、それぞれバレル内の左側(ガス導入口側)、中央部、右側の位置のプラズマを測定で きる。実験条件を表4.1-2に示す。表4.1-1のN<sub>2</sub>混合率0.7のケースに近い条件 とした。



図4.1-1 実験装置構成(ガス組成依存性評価用)



図4.1-2 バレル容器外観(ガス組成依存性評価用)



図4.1-3 (a)バレルプラズマ外観及び(b)光学系外観(ガス組成依存性評価用)

2 11					
N2流量	H2流量	ND识合家	電圧[1/]	靈淬[∧]	電力
[sccm]	[sccm]	NZ/比口平	电⊥∟[∨]	电机闪	[W]
500	0	1	430	3.9	1198
450	50	0.9	397	4.3	1219
400	100	0.8	391	4.3	1201
350	150	0.7	400	4.3	1229
300	200	0.6	405	4.2	1215
250	250	0.5	<b>416</b>	4.1	1218
200	300	0.4	426	4	1217
150	350	0.3	436	3.9	1215
100	400	0.2	445	3.8	1208
50	450	0.1	451	3.7	1192
0	500	0	440	3.8	1194

表4.1-1 実験条件(ガス組成依存性評価用)



チャンバー外観



バレル内部(試料無し)



光学系



バレル内部(試料配置)

図4.1-4 実験装置外観(均一性評価用)

表4.1-2 実験条件(均一性評価用)

電圧	電流	ヒータ温	パルス	パルス	N2流量	H2流量	ガス圧力
[V]	[A]	度 [°C]	ON [μs]	OFF [μs]	[sccm]	[sccm]	(ピラニ) [Pa]
400	4.7	350	200	100	300	150	300

4.1-4)結果および考察

雰囲気ガス組成の違いがプラズマ状態ならびに窒化層形成に及ぼす影響について検討 する。図4.1-5にN<sub>2</sub>混合率0、0.2、0.4、0.6、0.8、1の各条件における波長250nm~ 850nmの間のプラズマスペクトルを示す。まず、水素のスペクトルでは、水素原子のH  $\alpha$  (波 長656.3nm)とH  $\beta$  (波長486.1nm)のスペクトル強度が強く観察された。これらのスペクト ル強度比から2線強度比法により電子温度を、H  $\beta$ の半値幅から電子密度を算出する。続 いて窒素について注目すると、波長300nm~450nmの間の波長域にN<sub>2</sub>の強いスペクトル群 (2<sup>ND</sup> Positive)が、波長600nm以上でも同様にスペクトル群(1<sup>ST</sup> Positive)が観測されてい る。窒素イオンでは波長391.4nmに強いN<sub>2</sub>+のスペクトルが見られる。N+については波長 567nm付近に微弱なスペクトルが存在することがわかる。また、後述するように窒化プロ セスにおいて触媒として機能すると考えられているNHのスペクトルが波長324nmに見ら れた。



図4.1-5 プラズマスペクトル

H $\beta$ の半値幅はシュタルク効果により電子密度に依存して図4.1-6に示すように変化する[1]。本研究ではこの関係より電子密度を算出する。H $\beta$ スペクトルを図4.1-7に示す。H $\beta$ の半値幅はN<sub>2</sub>混合率に依存せず概ね0.3nm程度となった。なお、N<sub>2</sub>混合率1ではスペクトルが生じないため算出はできなかった。

続いて、Ηα及びΗβの強度比から、下式を用いて電子温度を算出する。計算に用いた

データを表4.1-3に示す。また、Ηαスペクトルを図4.1-8に示す。

$$T = -\frac{\varepsilon_1 - \varepsilon_2}{k} \frac{1}{\ln\left(\frac{A_2 g_2 I_1 \lambda_1}{A_1 g_1 I_2 \lambda_2}\right)}$$
(1)

図4.1-9に算出した電子密度及び電子温度の $N_2$ 混合率依存性を示す。電子密度、 電子温度ともに、 $N_2$ 混合率に対する依存性は見られず、ほぼ一定値となることがわかっ た。これらは主に投入電力がほぼ一定であることに起因すると考えられる。



図4.1-6 電子密度のHβ半値幅依存性 図4.1-7 Hβスペクトル

表4.1-3 電子温度算出用データ

	波長	統計重価	準位エネルギー	遷移確率
	λ [nm]	g	ε [/cm]	A [E8/s]
Hα	656.28	18	97492	4.41
Нß	486.13	32	102824	0.8419



図4.1-10にNH、N<sub>2</sub>+及びN+スペクトルを示す。ただし、NHのスペクトルは 非常に強度が弱く同定し難いために、露光時間を10倍して測定した結果を示す。N<sub>2</sub>混合 率1の結果を例として、N<sub>2</sub>+及びN+のスペクトル強度を比較すると、N+のスペクトル強 度はN<sub>2</sub>+の1%程度であることがわかる。これは、電子温度が約10,000Kと低いためにN<sub>2</sub>の 解離が生じにくく、結果として図4.1-10に示されたように、窒素のイオンではN+ と比較してN<sub>2</sub>+が支配的となるためと考えられる。

図4.1-11に正規化したNH及びN<sub>2</sub>+スペクトル強度のN<sub>2</sub>混合率依存性を示す。 N<sub>2</sub>+のスペクトル強度に注目すると、N<sub>2</sub>混合率の上昇に伴い増加することがわかる。上 記の実験結果から、電子密度はN<sub>2</sub>混合率に依存せずほぼ一定であり、N+はスペクトル強 度が小さくその密度は低いと考えられる。このことから、プラズマ中のイオンはほぼH+ 及びN<sub>2</sub>+から構成され、N<sub>2</sub>混合率の上昇とともに全イオン密度に占めるN<sub>2</sub>+密度の割合 は線形的に増加し、N<sub>2</sub>混合率1でイオンはほぼN<sub>2</sub>+のみとなるものと考えられる。一方で、 NHスペクトル強度はN<sub>2</sub>混合率0.2~0.5で最大となり、NHはH<sub>2</sub>混合率の高い条件で生 成されやすいことが判明した。

N<sub>2</sub>混合率0.5、0.7、0.9、1の4条件において、モータシャフトを窒化部品として窒化試 験を実施した。ここでは、装置中央(図4.1-1の観測位置Cに相当)及びガス導入口(同 図の観測位置Lに相当)付近の2カ所の部品について窒化層の厚みを測定した。図4.1-12に窒化層厚みのN<sub>2</sub>混合率依存性を示す。本実験の範囲内では窒化層の厚みはN<sub>2</sub>混合 率の上昇に伴い増加するが、N<sub>2</sub>混合率1では窒化層が形成されないことが明らかとなった。 また、厚みはガス導入口近傍で増加する傾向が見られるが、この原因については後述の実 験にて検討する。

図4.1-13に窒化層の断面ミクロ組織を示す。ここでは、N<sub>2</sub>混合率0.7及び1の2条件について検討する。N<sub>2</sub>混合率0.7では厚み7 $\mu$ m程度のきれいな窒化層が形成されているが、N<sub>2</sub>混合率1の場合は、窒化層が形成されていないことがわかる。



図4. 1-10 NH, N<sub>2</sub>+及びN+スペクトル



図4.1-10 NH, N<sub>2</sub>+及びN+スペクトル(続き)



図4.1-11 NH及びN<sub>2</sub>+スペクトル強度 のN<sub>2</sub>混合率依存性

図4.1-12 窒化層厚み のN<sub>2</sub>混合率依存性



図4.1-13 窒化層の断面ミクロ組織

イオン窒化のメカニズムは未だ完全には解明されていないが、一般的には次の様なもの と考えられている。ひとつは、被処理物表面のスパッタリング作用ならびに表面近傍のプ ラズマ中での化学反応が重要と考えるものである。窒化処理中、被処理物表面には著しい 陰極降下が存在し、プラズマ中で生成したN+、N<sub>2</sub>+などのイオンはこれによって加速さ れ表面に激しく衝突する。このとき、スパッタリング作用により、窒化プロセスの阻害要 因となる表面の酸化膜が除去され、さらにはその下の金属のFe原子もスパッタリングさ れる。このFeはプラズマ中でNあるいはN<sub>2</sub>と結合した後、被処理物表面に吸着し、一 部はイオン衝撃を受けつつ解離してNが内部へ拡散し窒化が進行する。さらに、H<sub>2</sub>がN<sub>2</sub> に混合されている場合には、雰囲気ガス中に不純物として存在する酸素を還元し酸化膜の 形成を抑制する効果が期待できる。また、プラズマ中にNHが生成され、これとスパッタ リングされたFeとの反応によりFeNHxが生成し、被処理物表面へ吸着することで、 より効果的に窒化が進行するものと考えられている[2]。一方、これに対してよりシンプ ルに、スパッタリング作用は上述の酸化膜の除去にのみ寄与し、プラズマ中で活性化され た窒素が表面に輸送され吸着することにより、プラズマ中での上述の反応を介さずに、よ り直接的に窒化が進行するとの考えかたもある[3]。

図4.1-11及び12の結果からは、窒化層の厚みはNHの密度と相関が無く、N<sub>2</sub> 混合率が1未満の場合、N<sub>2</sub>混合率及びN<sub>2</sub>+の密度と高い相関を示すことがわかるが、これ は従来重要と考えられていたNHの触媒作用と比較して、イオンによるスパッタリング作 用、または活性化した窒素の増加が窒化速度を決める重要なファクターとなっている可能 性を示唆している。鉄を被処理物としたときのH<sub>2</sub>とN<sub>2</sub>の陰極降下電圧は同程度の大きさ となるが[4]、質量の小さいH+よりも大きいN<sub>2</sub>+の方が被処理物表面へと衝突した際のエ ネルギー伝達効率が高いため、スパッタリングが生じやすくなる。その結果、酸化膜の除 去が促進されることに加え、プラズマ中でのFeの密度が高くなるものと考えられる。

これらのことから、N<sub>2</sub>混合率を上昇した場合、上述した前者のメカニズムを仮定する と、窒化プロセスを阻害する酸化膜の除去が促進され清浄な表面が得られやすいことに加 え、窒素及びスパッタリングされたFeの増加により、FexNの生成が促進され、窒化速 度が上昇するもの推測される。一方、後者のメカニズムを仮定する場合でも、酸化膜の除 去に加え、活性化した窒素が増加することで、窒化速度が上昇するものと考えられる。以 上の理由により、同一の投入電力及び処理温度で形成される窒化層の厚みを比較した場合、 N<sub>2</sub>混合率の上昇に伴い窒化層の厚みは増加すると考えられる。

一方で、N<sub>2</sub>混合率1では窒化に用いるN<sub>2</sub>ガスの不純物として含まれる酸素に対する、 水素による還元作用が無くなり、窒化反応が阻害されるものと推測される。特に本窒化プ ロセスでは、第2章で述べられているように、処理中におけるアーク放電の発生を防ぐた めに電圧を低い値に設定しているため、条件によっては酸化膜のスパッタリングが不十分 となり、水素による還元作用が必要となるものと思われる。

また、N<sub>2</sub>混合率が大きいとき、N<sub>2</sub>+の密度が増加しエネルギー伝達効率が上昇することから、陰極となる被処理物の温度が上昇し放電形態がアーク放電に遷移し易くなるものと予想される。このことから、グロー放電が維持できる条件範囲内で、可能な限りN<sub>2</sub>混

合率を増加させることが、窒化速度を向上させるうえで望ましいものと考えられる。

続いて、バレル内での窒化処理の均一性を評価し、これに影響を及ぼす要因を明らかに する。図4.1-14にバレル内各位置での放電発光写真を示す。写真より、測定位置C 及びRからの放電発光と比較して、ガス導入口に近い測定位置Lからの放電発光が若干強い ことが確認できた。これは、圧力が高くなるガス導入口付近において電力の消費量が多い ことを示唆している。図4.1-15に電子密度及び電子温度の位置依存性を示す。放電 発光が強くなるガス導入口付近において、電子密度、電子温度ともに高くなる傾向が見ら れた。その結果、図4.1-12に見られたように、同領域では窒化層の厚みが増すもの と考えられる。本知見を反映させて、第2章では対流加熱装置を導入し、均一性を向上さ せることが可能となった。





図4.1-15 電子密度及び電子温度の位置依存性

Reference

- [1] H.R. Griem, Plasma Spectroscopy, McGraw-Hill (1964).
- [2] 小林光晴、プラズマと成膜の基礎、日刊工業新聞社、(1986).
- [3] 田中 他、溶接学会論文集、12、(1994) 284.
- [4] 電気学会放電ハンドブック出版委員会、放電ハンドブック 上巻、オーム社、 (1998).

## 第5章 低温プラズマ浸炭・窒化およびこれらの複合表面熱処理による耐久性に 優れた HDD スピンドルモータシャフトの開発研究 (日本電産株式会社)

5.1)低温プラズマ浸炭・窒化複合表面熱処理による耐久性に優れた表面硬化層を形成する 熱処理条件の検討

5. 1-1)目的

HDD 小型精密モータ用スピンドルシャフトでは、マルテンサイト系ステンレス鋼又は、 オーステナイト系ステンレス鋼を用いて、現状では熱処理にて表面硬化処理を行ってい る。しかし、チッピングを起こし易い等の品質の問題、また、装置へのセットや後処理 に多大な工数が掛かっている。これらのことから大量処理可能で、且つ表面に脆弱な化 合物層が生成されない低温プラズマ浸炭・窒化複合表面熱処理の適用を検討し、モータシャフ トに最適な表面硬化層を得るための処理条件出しを行う。

5. 1-2)内容

外観不良として課題となっているキズ・打痕、及びプラズマ放電痕を改善するためにバレルカ ゴ材質、処理機構の変更を検討し、外観基準を満たす処理工法の確立を行った。

5. 1-3) 実験

キズ・打痕、放電痕の改善として3つの実験を実施した。①大阪大学接合科学研究所設置の小型回転バレル式装置にて、シャフト部品とバレルカゴとの接触によるキズ・打痕を抑制するため、 窒化されない電気ニッケルメッキ処理を施したバレルカゴを用いた実験を行った。②同じく小型 回転バレル式装置にて、バレル内での部品同士の共あたりの衝撃を軽減させるため、処理数量を バレルカゴに投入出来る限界レベルの1,000本とした数増し実験を行った。③国友熱工(株)に 設置の大量処理炉において、回転式バレルから部品を整列平置きにし、共あたりの衝撃を極めて 小さく抑えたスイング式バレルへ変更した実験を行った。処理部品の外観基準は、表面のキズ・ 打痕及び、放電痕について確認する。 5.1-4)結果

実験①結果、図5.1-1に電気ニッケルメッキを施したバレルカゴの一部の処理後の写真を 示す。電気ニッケルメッキは硬度 Hv400~500 程度であり、その成分上、窒化層が形成されない。 低硬度バレルカゴとしてキズ・打痕の抑制効果が期待されたが、450℃でのプラズマ処理において 膨れ及び劣化が発生した。耐久性が無いことが判り、適用不可と判断した。



図5.1-1 プラズマ窒化処理前後の電気ニッケルメッキの状態 (左:処理後、右:処理前)

実験②結果、図5.1-2に処理数量を小型回転バレルでの投入限界レベルである1,000本とし処理したシャフト部品の表面状態写真を示す。無数のキズ・打痕の発生が確認され、数増しによる処理では改善不可であると判断した。



図5.1-2 数増し処理での部品表面状態写真 (左:処理後、右:処理前)

実験③結果、図5.1-3にスイング式バレル処理を行ったシャフト部品のキズ・打痕状態の 写真を示す。引っかきキズ、及び打痕が確認されるものがあったが、その程度は回転式バレルと 比較すると極めて少なく、また、スイング式バレルでのシャフト部品の動きから写真の様な状態 のキズ・打痕が発生するとは考え難くい。従って、処理装置へのセッティング工程で発生した可 能性が高く、処理工程でのキズ・打痕は改善されたと判断、処理前工程の作業標準確立が必要と 考える。

図5.1-4に同処理でみられた表面の曇りの写真、及びそのSEMによる拡大画像を示す。 曇りはシャフト部品の円周上に発生しており、拡大写真から微小な放電痕の集まりと判断出来る。 曇り部の形状波形はその周囲と比較しても明確な凸状は確認できず、外観規格は満たしていると 判断する。

スイング式バレル処理により、HDD小型精密モータ用スピンドルシャフトに求められる現 行表面状態規格を満たすことが可能と判った。但し、曇りは本処理特有の現象であるため外観 合格の限度を見極めて基準を定める必要がある。



図5.1-3 スイング式バレル処理品表面状態写真(キズ・打痕)



表面曇り

曇り部拡大SEM画像

図5.1-4 スイング式バレル処理品表面状態写真(曇り)

5.1-5)結論

スイング式バレル処理により、キズ・打痕、放電痕の発生が極めて少なくなり、HDD小型精密モータ用スピンドルシャフトに求められる現行表面状態規格を満たすことが可能 と判った。但し、曇りは本処理特有の現象であるため外観合格の限度を見極めて基準を定 める必要がある。 5.2)低温プラズマ窒化処理をしたモータシャフト材としての基本特性評価

5. 2-1)目的

モータシャフト材として要求される基本特性を満足するかを評価し、その結果を処理条件にフ ィードバックさせて条件の詰めを行う。

5. 2-2)内容

キズ・打痕、放電痕を改善したスイング式バレルにおいて、電圧、 $N_2/H_2$ ガス比、プラズマ パルス幅の調整、 $H_2$ またはArスパッタ前処理追加、及び浸炭/窒化複合処理を行った部品にて ①硬度、②層均一性、③表面粗さ、④耐食性の評価を行った。

5. 2-3) 実験

表5.2-1にスイング式バレルでの処理条件を示す。処理温度は大阪大学小型バレルから国 友熱工(株)殿に設置の大量処理炉に移動するに伴い、装置特性の違いから 450℃では高耐食の S相が得られない結果があるため 425℃へ変更した。条件1は、5.1)で評価した処理の条件 であり、電圧、N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>ガス比は小型バレル炉と同じ、パルス比はタッピンねじ処理の条件を採 用した。条件2、3の電圧、N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>ガス比はプラズマ状態のモニターにより、大きな放電痕発 生の原因となるアーク放電が発生しない値に調整し、パルス比は前年までの小型バレル実験にて、 On幅が短い程、アーク放電し難いという結果を受け可能な限り短縮した。H<sub>2</sub>スパッタ、及び Arスパッタは母材表面の不導体皮膜除去による形成層の均一化を目的とし実施した。条件3の 浸炭複合処理は処理ガスとしてCH<sub>4</sub>を用いるため、炉内酸素量を低減させる効果が期待出来、 ねじ穴腐食改善策とし実施した。

条件	処理温度[℃]	電圧 [V]	ガス比 (N <sub>2</sub> /H <sub>2</sub> ) [SCCM]	パルス比、幅 (On/Off)[us]	時間 [hour]	前処理	浸炭複合処理
1	425	400	300/150	300/100	8h	なし	なし
2	425	500	200/400	100/100	8h	H₂スパッタ	なし
3	425	450	300/300	100/100	浸炭2h 窒化4h (計6h)	H₂スパッタ Arスパッタ	あり

表5. 2-1 スイング式バレル処理条件

5. 2-4)評価結果

摺動面となる最外周面でHv0.025とし,表面硬度測定を行った。条件1、3においては 平均硬度がHv1000を超えており、十分な表面硬度を有し、規格を満たしているが、条件2 においては不満足であった。要因として形成層の厚さ不十分、または不均一によると考えられる。 従って、条件2のN<sub>2</sub>ガス量は不十分であると判断出来る。

断面写真、膜厚測定結果からも、条件1では最外周部は均一であるが、その他の部位では不均

ーで層形成が見られない領域があった。条件2では、最外周においても層形成は不均一であり、 表面硬度が低く測定された原因と判断出来る。条件3においては、シャフト部位に寄らず均一な 層形成が確認出来、H<sub>2</sub>及びArスパッタ前処理と浸炭複合処理の効果が見られた。

高温高湿試験では全ての条件において表面、及びねじ穴内部に腐食が発生し、耐食性評価をク リアすることは出来なかった。腐食は形成層が薄く不均一な部位で主に見られたが、条件3にお いては、ねじ部以外のくぼみ部及び外周部は最外周部と同程度の厚さ、均一性で層が形成されて いるにも関わらず腐食の発生があった。最外周と比べ表面が粗く、処理後に行う通常洗浄工程で は処理中に付着したスパッタ粉の除去が出来ていない可能性がある。本処理に適した後洗浄工程 の検討が必要と考える。

ねじ穴腐食改善のために、条件3ではCH<sub>4</sub>を用いた浸炭処理を複合させたが効果は見られな かった。ねじ穴腐食についてもスパッタ粉残りの可能性があり、後洗浄ではねじ穴内洗浄も考慮 した工法の検討が必要と考える。

表面粗さの測定を摺動面となる最外周面について行った。表面粗さは、全ての条件において、 処理による悪化がみられた。表面粗さは薄く均一な層ほど良好、若しくは処理温度が低いほど良 好であると考えられる。処理後の後工程として、ラッピング等の表面研削処理が必要と判断する。

5. 2-5) 結論

浸炭・窒化複合処理とすることでシャフト外径全周に均一で硬度規格を満たす層を形成することが出来た。耐食性、表面粗さについては、現時点では規格を満たすには至っていない。形成された高耐食層(S相)上にスパッタ粉等が付着し、耐食性が低下している可能性が高く、適した後洗浄工程の新規検討が必要と判断する。

5.3)低温プラズマ窒化処理をしたモータシャフト材としての耐久性評価

5. 3-1)目的

モータシャフト材として要求される耐久性を評価し、その結果を処理条件にフィードバックさせて条件の詰めを行う。

5. 3-2)内容

基本特性として硬度、均一皮膜が得られた処理条件3シャフトについて、モータ実装時に摺動 相手材となる部品との組合せで摩耗試験を行い、現行との比較評価を行った。また、表面粗さ規 格を満たす様、表面ラッピングを行った処理シャフトについても併せて評価した。

5.3-3) 実験

試験はシャフト最外周面と円筒形状をした相手材内周面との回転摺動として行った。相手材は ステンレス鋼材である。相手材の摩耗量を計測しモータ軸受けとしての耐摩耗性評価とする。評 価サンプルは現行シャフト、処理条件3シャフト、及び後工程として表面ラッピングを行った処 理条件3シャフトである。 5. 3-4)結果

図5.3-1に摩耗試験後シャフト外観を示す。ラッピング後処理を行わない条件3シャフト については、現行より約3倍の摩耗量増加となり、粗い表面が相手材の摩耗を増加させていた。表 面ラッピングを行うことで摩耗量は現行同等となりモータ軸受としての耐摩耗性を満足させるこ とが出来ると判断する。試験後のシャフト自身の外観については明確な摩耗は確認出来ず現行同 等で不具合は無いと判断する。



現行

条件3

条件3ラッピング

図5.3-1 摩耗試験後シャフト外観

5. 3-5) 結論

シャフト自身耐久性については明確な摩耗は確認出来ず現行同等で基準クリアと判断した。その一方で、軸受け相手材は、処理条件3シャフトの場合、現行シャフトより摩耗量増加となった。 また、条理条件3のシャフト表面をラッピング処理を行うと摩耗量は現行シャフト同等となった。 粗い表面が軸受け相手材の摩耗を増加させていたと考えられる。

# 第6章 耐摩耗性と靭性に優れたブレーキングリブを有する新形式のタッピン ねじの開発研究 (平田ネジ株式会社)

6.1) ブレーキングリブを有する新形式のタッピンねじの設計製造

6. 1-1)目的

タッピンねじの頭部形状、リブ長さおよび高さを変化させ、タッピンねじ軸力測定器およびP Cトルクアナライザーを用いてブレーキング効果を定量化し、タッピンねじの形状改良を目指し た設計製造を行う。ブレーキングリブを必要とする要因として、本研究対象のねじでは特性とし て靱性を優先するため、一般熱処理ねじ(SWCH18A 浸炭焼入れ・SUS410 窒化処理)とは異なり、 軸力や軸部のねじり強さが低くなることがあげられる。このため、ねじ込み時のねじ切れや、ね じ頭部座面が着座と共に頭飛びが発生し易くなる。そういったリスクをブレーキングリブによっ て軽減し、締結時の軸力を安定させるに必要なシステム構造として設計に織り込む。

6. 1-2) 実験

トルクアナライザー導入に伴い、以前製作した本研究ねじ「BLMKビス 3.8×45」のブレーキ効果試験を行った。試験の結果、ブレーキ効果が発揮されるのに必要な軸力が不足していることが判明したため、改めてねじ込みトルクとねじ軸部のねじりトルク確認試験からブレーキ効果が発揮させるのに必要な最小ねじ径は $\phi$ 5 mm(谷径 $\phi$ 2.7 mm)が必要であることを特定し、特定したねじ径を基に、図6.1-1に示す「BLSWビス 5×45」を設計、製作した。



図6. 1-1 BLSWビス (SUSXM7) 5×45 図面

6. 1-3) 更なる軸力強度の強化に向けた実験及び評価選定

6.1-2)の試験を進めるに当たり、檜材や他の木材でも節目付近など、木材の質、堅さに よっては、ねじ込み途中(ねじ座面が着座するまで)にねじ軸部が、ねじ切れを発生させること があった。そういった経緯から、ねじ込み距離によって発生するねじ面摩擦が、ねじ本体のねじ り強さを超えることが判明した。その後のねじ込みトルク試験調査から、保持に必要な最小長さ の選定も必要であると思われ、改めて図6.1-2の必要最小限の長さ調査と共に改めて図面設 計を行った。



図6.1-2 5mmねじの長さ選定調査



図6. 1-3 BLSWビス 5×30 [BPS3Dスクリュー5×30] 図面

#### 6.1-4)結果および考察

ブレーキ効果を発揮させるのに必要な最小ねじ径は $\phi$ 5 mm (谷径 $\phi$ 2.7 mm) が必要であることを 特定した。また、図6.1-2に示す試験の結果、木材の堅さによっては長さの選定が必要との 見解から図6.1-3に示す「BLSWビス 5×30」を設計、名称を【BPS3Dスクリュ ー】と命名し、製品化に向け計画を進めた。今後の活動として、「木造耐震補強システム構造用ね じ」の設計・製造に当たっては、市場のニーズに応え、ねじ形状、強度など本研究成果を反映さ せ、応用技術として進める。

6.2) ブレーキングリブ付複雑形状のねじ の表面に均一に表面硬化層を形成する熱処理 条件の検討

6. 2-1)目的

改良形状のタッピンねじを低温プラズマ浸 炭・窒化処理する際の処理温度及び処理時間 を変化させる。そして、表面硬化層深さ及び 硬さを測定するとともに、タッピンねじ軸力 測定器及びPCトルクアナライザーにより、 ブレーキ効果を定量化し、最適処理条件を確 立する。また、耐食性を含む環境等の影響調 査を第3章と連携して進める。

6.2-2)低温プラズマ窒化処理ねじの性
能評価

小型バレル式プラズマ浸炭・窒化処理装置 (地域新生コンソーシアム事業導入設備、大 阪大学接合科学研究所設置)を用いて、図6. 2-1に示す処理条件「425℃×5hr」



図6. 2-1 低温プラズマ窒化処理条件表



図6.2-2 インパクトレンチによる手作業ねじ込み試験

・「450℃×5hr」・「475℃×5hr」により低温プラズマ窒化処理されたサンプルならびに「未処理ね じ」について、図6.2-2に示すインパクトレンチによる手作業ねじ込み試験および図6.2-3の試験装置「トルクアナライザー(+)タッピンねじ軸力測定器」による比較性能評価試験を行っ た。

6. 2-3)低温プラズマ窒化処理ねじの性能試験結果および考察

インパクトレンチによる手作業にてねじ込み試験を行った結果、図6.2-2の結果が得られ、 未処理ねじに比べ、低温プラズマ窒化処理ねじは、ブレーキングリブおよび十字リセス周辺も強 化されていることが確認できた。

i) ブレーキング効果については、図6.2-2のインパクトレンチによる手作業のねじ込み試験で「未処理ねじ」では、試験鋼板に頭部座面が着座する際にブレーキングリブの磨り減り(破損) や試験鋼板に滑りが観察された。本研究の低温プラズマ窒化処理ねじ、「425℃×5hr」・「450℃× 5hr」・「475℃×5hr」については、何れも試験鋼板に引っ掛かり傷が観察され、ブレーキ効果が確認できた。

ii) 十字リセスについては「未処理ねじ」および「425℃×5hr」では、十字リセス周辺が弱く、締め付け時に十字リセスがビット工具によって削れ、破壊するものがあった。しかし、「450℃×5hr」および「475℃×5hr」の処理ねじでは十字リセスの破損は無く、締結が完了し、十字リセス周辺が強化されていることを確認した。



図6.2-3 トルクアナライザー(+)タッピンねじ軸力測定器 (タッピンねじ性能試験機)

 iii)図6.2-3の「トルクアナライザー(+)タッピンねじ軸力測器」を用いて、「未処理ねじ」 および「475℃×5hr」について、トルクアナライザー停止最大トルクを10Nmに設定し比較試験を 行った。その結果、図6.2-4の変位線結果が得られ、「未処理ねじ」ではブレーキ効果が現 れず、最大軸力1.5KNで破断し、保持力を失った。しかし、「475℃×5hr」の処理ねじでは、1.7KN でブレーキング効果によってねじの回転が停止し、1.22KNの安定保持・軸力で保持された。



図6. 2-4 ねじ込み性能試験結果

以上の結果から、「425℃×5hr」の処理ねじでは、ブレーキングリブなどの表面硬化は観察され るものの十字リセス周辺など、ねじ本体の強化までには至っていなかった。「450℃×5hr」・「475℃ ×5hr」の処理ねじについてはブレーキ効果および十字リセス周辺の強化が見られ、低温プラズマ 窒化・5hr 処理ねじとしては、450℃以上が性能的に評価できることが分かった。本試験はプラズ マ窒化処理に対する評価であるが、以降は第2章と連携し、プラズマ浸炭、およびプラズマ浸炭 +窒化でも評価を行う。

6. 2-4)低温プラズマ浸炭処理ねじの性能評価

低温プラズマ浸炭・窒化大量処理操業システム (国友熱工(株)設置)を用いて、処理条件「440℃×2.5hr (BPC20110131)」・「440℃×5hr (BPC20110201)」・「450℃×4hr (BPC20110204)」・「450℃×7hr (BPC20110207)」により低温プラズマ浸炭処理されたサンプルならびに「未処理ねじ」について、図6.2-3に示す「トルクアナライザー(+)タッピンねじ軸力測定器」による比較性能評価試験を行った。

i) 試験方法としては、6.2-3)のiii) と同様の手法で行うが、評価方法は一部変更した。 トルクアナライザー停止トルクを 5Nm、7Nm、9Nm、10Nm、11Nm、12Nm と徐々にトルクを上げなが ら試験を行い、ブレーキ効果確認時の最大トルクを測定した。



図6. 2-5 ねじ込み性能試験結果

ii) 試験結果を図6.2-5に示す。未処理ねじでは最大4.1Nmで十字リセスが破壊したのに比べ、低温プラズマ浸炭処理ねじでは、何れの処理条件ついてもほぼ7.5Nmでブレーキ果を発揮し、10Nmでトルクアナライザー停止と共に約1.4KNで締結、1.3KNで安定保持した。表6.2-1に 試験結果の詳細を示す。

iii)低温プラズマ窒化処理ねじは、比較的高い温度で処理することで安定したブレーキ効果が見られ、低温プラズマ浸炭処理ねじは、低温プラズマ窒化処理ねじより低い温度で同等の安定したブレーキ効果が得られることが確認できた。また、連携する第3章からの低温ブラズマ浸炭処理の場合は、窒化処理に比べて比較的高い温度で処理ができ、S相の硬化層深さも窒化処理層より深くすることができるとの研究報告から、低温プラズマ浸炭処理がブレーキ効果に有利に働くものと期待し、製品化を進めている。

試験 処理温度×		試験ねじ	試験機	軸力測	定機側	学家会生田
No.	処理時間	¤ットNo.	設定トルク	軸力	トルク	<b>武</b> 駛結未
			5. ONm	0.7KN	4.5Nm	ブレーキング保持
	$440^{\circ}C \times$		7. ONm	1.0KN	4. ONm	同上
1	440 C ^	BPC20110131	9. ONm	1.0KN	6.3Nm	同上
	2. 5111		10. ONm	1.4KN	7.1Nm	同上
			11. ONm	0.7 KN	3.3Nm	十字リセスの破壊
			5.0Nm	0.8KN	4.4Nm	ブレーキング保持
	$440^{\circ}C \times$		7. ONm	1.2KN	4. ONm	同上
2	440 C ×	BPC20110201	9. ONm	1.35KN	6.8Nm	同上
	5.0111		10. ONm	1.35KN	6.2Nm	同上
			11. ONm	1.4KN	10. ONm	ねじ軸部破断
	$450^{\circ}\mathrm{C} \times$	PDC20110204	5. ONm	0.74KN	3. ONm	ブレーキング保持
			7. ONm	0.94KN	5.4Nm	同上
3			9. ONm	1.3KN	6.3Nm	同上
J	4.0hr	DI 020110204	10. ONm	1.38KN	7.3Nm	同上
			11. ONm	1.1KN	7. ONm	十字リセス破壊
			12. ONm	1.6KN	8. ONm	十字リセス破壊
			5.0Nm	0.52KN	4.3Nm	ブレーキング保持
			7. ONm	1.38KN	6. ONm	同上
4	$450^{\circ}\mathrm{C} \times$	BPC20110207	9. ONm	1.6KN	7.8Nm	同上
-	7.0hr	DI 020110207	10. ONm	1.52KN	7.8Nm	同上
			11. ONm	1.45KN	9. ONm	ねじ軸部破断
			12. ONm	1.45KN	10. ONm	ねじ軸部破断
			5. ONm	0.7KN	3.1Nm	締結保持
5	未処理ねじ	[	7. ONm	1.12KN	5.8Nm	締結保持
			9. 0Nm	0.6KN	3.1Nm	十字リセス破壊

表6. 2-1 試験結果詳細

 6.2-5)低温プラズマ窒化処理ねじの 耐食性評価

「SUSXM7 材・低温プラズマ窒化処理ねじ」 の暴露試験を行った。本試験では3種類の 窒化処理を施した試料を用い、ねじ表面が 黒色化した表面状態で暴露試験を行った。 本試験は図6.3-2の「環境影響調査試 験」と平行して実施し、720時間および 1,500時間で観察を行った。

その結果、図6.2-6に示す720時間 では十字リセス内部から赤錆が発生し、

1,500 時間では、頭部表面に広がっている



## 図6.2-6 暴露試験調査

ことが観察された。また、処理温度、処理時間には関係なく、3 種類の処理ねじ全てに赤錆の発

生が確認された。今回暴露試験に使用したねじ「SUSXM77材・低温プラズマ窒化処理ねじ」は、プ ラズマ窒化処理の段階で、ねじ表面に発生した黒色の表面層を取り除かずに試験を行ったことに より錆が発生したと思われ、表面の黒色層の成分分析および表面研磨方法など、製品化に向けた 調査を第3章及び第2章と連携し、進める。

### 6. 2-6) 低温プラズマ浸炭処理ねじの耐食性評価

低温プラズマ浸炭・窒化大量処理操業システム(国友熱工(株)設置)を用いて、「440℃×

2. 5hr (BPC20110131)  $\downarrow \cdot \lceil 440^{\circ}C \times 5hr$  (BPC

20110201)」・「450℃×4hr (BPC20110204)」・ 「450℃×7hr (BPC20110207)」の4条件で低温プ ラズマ浸炭処理を実施し、第3章と連携して耐 食性評価を行った。塩水噴霧試験は、スガ試験 機(㈱製 CAP-90を用いて、「JIS Z2371塩水噴霧 試験-中性塩水噴霧試験-」に準拠して行った。

試験結果を図6.2-7に示す。第3章の結 果および考察から 塩水噴霧試験に4時間供し た後、何れのねじも赤錆が発生しており、プラ ズマ浸炭処理によって耐食性が大きく劣化して しまっていることが分かる。

プラズマ窒化処理、あるいはプラズマ浸炭処 理では、表面硬化層の更に表層に耐食性に劣る 異常層が形成されることがあることが知られて

いる。そこで、酸洗による異常層の除去を検討した。

 $\frac{1}{20L/2H}$ BPC 440°C×2,5h BPC 440°C×5h Comparison of the temperature of the temperature of the temperature of temperature of

図6.2-7 4時間の塩水噴霧試験後 観察写真

2%のフッ酸+13%硝酸水溶液にねじを15秒浸漬することにより異常層を除去し、さらに50% の硝酸水溶液に5分間浸漬することにより不動態化処理を施したねじについて、同様の塩水噴霧 試験を行った結果を図6.2-8に示す。試験時間、168時間の塩水噴霧試験後の観察結果から、 各ねじの頭部には赤錆が発生しなかった。図6.2-8においてねじの足元に赤錆が垂れている のは、ねじと治具の隙間で発生した赤錆である。

以上のことから、プラズマ浸炭処理を施したねじは、最表面に薄い異常層が形成されてしまう ため、そのままでは耐食性に劣ってしまう。しかしながら、この異常層を酸洗によって除去する ことにより、優れた耐食性を示すことが確認できた。 6. 2-7)結果および考察

以上のプラズマ浸炭処理を施した ねじは 168 時間の塩水噴霧試験にお いても、頭部には全く赤錆が発生せ ず、耐震補強用タッピンねじとして 十分な耐食性を備えている。今後の 活動として、低温プラズマ浸炭・窒 化処理において、耐食性能および耐 摩耗性能をさらに向上させ、ねじの 性能アップを図るための研究を第 2 章および第3章と連携しながら進め る。



図6.2-8 168時間塩水噴霧試験後の外観写真

6.3)表面熱処理タッピンねじの製品基本特性評価

6. 3-1)目的

改良形状のタッピンねじに、最適条件で低温プラズマ浸炭・窒化処理した試料を用い、製品化 のための基礎評価を行う。

ここでは、自然界に発生する環境がおよぼす影響や、本研究ねじ(耐震補強システム構造用ねじ)の耐震性能について、現在市販されているねじ製品と比較して、製品基本特性の評価を行う。

6. 3-2) 調査・試験内容

製品化に向けた取組の一つとして、環境に対する影響調査を行った。

i)現在一般に使用されているねじ「SUS410材・一般窒化焼き入れねじ(JISB1125相当品)」と本研究の「SUSXM7材・低温プラズマ窒化処理ねじ」の環境影響調査を行った。

ii)「耐震補強システム構造用ねじ」として使用した場合の耐震性能評価試験を「SUS410材・一般 窒化焼き入れねじ(JISB1125相当品)」と本研究の「SUSXM7材・低温プラズマ浸炭・窒化処理ねじ」 で比較試験を行った。 6. 3-3)環境影響調査実験

図6.3-1の方法にて影響調査実験を行った。図6.1-1の図面に示すねじを実験に用いた。「SUS410材・一般窒化焼き入れねじ(JISB1125相当品)」と本研究の「SUSXM7材・低温プラズマ窒化処理ねじ」のねじ形状を同形状として製作した。「SUS410材・一般窒化焼き入れねじ(JISB1125相当品)」の表面をブライト処理した。また、本研究の「SUSXM7材・低温プラズマ窒化

処理ねじ」は図6.2-1に示す3点の処理条件で作成し、表面処理は未処理で行った。供試材としては、タイトフレーム(t2.3)溶融亜鉛鋼板および木材(米栂)を用い、予備穴の開いたタイトフレームを木材(米栂)に各試料ねじで締結し、試料を製作した。この時のねじ締めによる軸 カはブレーキングリブのブレーキ効果が発生していることから、ねじの締結軸力は、約1.2KNと 推測される。

セットした各試料を図6.3-1の水槽に水を張り、木材・タイトフレーム・試料ねじが濡れ るように沈めてセットし、「SUS410材・一般窒化焼き入れねじ(JISB1125相当品)」および本研究 の「SUSXM7材・低温プラズマ窒化処理ねじ」をそれぞれ水に沈めて24時間毎に観察を行った。



図6.3-1 環境影響調査実験

6. 3-4) 結果および考察

i)「SUS410 材・一般窒化焼き入れねじ(JISB1125 相当品)」では、48 時間目の観察で、図6. 3-2の中央部に示す赤丸部分のねじ頭部が、試料40本中11本破断していた。図6.3-3に 示す破断したねじの破断面顕微鏡観察のから、破断面には粒界破面が観察され、水素脆性破断を 引き起こしたことがうかがわれた。破断の起点は外周位置に観察されることから外的要素による 影響で破断したことが推測された。

その後の調査から、一般の熱処理ねじは使用性能を優先して製作されるため靭性に乏しく、その結果として水素脆性の危険性があり、また、現在市販されている木造建築用木材には防腐剤や

接着剤など、有機成分(酸類)を多く含んだ木材が多く、3条件(ねじの軸力+有機成分を含ん だ木材+水分)が揃うことで水素脆性破断を引き起こすことがあるとの報告があった。原因とし ては、木材に含まれる有機成分(酸類)が水によって溶け出し、応力の発生している一般熱処理 ねじなど硬いねじの局部に外部から水素が進入し、外的要素による水素脆性破断を引き起こすこ とが考えられる。

また、表面にユニクロめっきなどで表面処理を施した一般浸炭処理ねじ(SWCH 材)では起こり にくいとされているが、他の参考試験として行った同様の試験から、表面処理を施した SWCH 材 (鉄)のタッピンねじ1本に脆性破断が確認された。これは、ねじ込み時にメッキ表面に傷が入 ったか、又は締結軸力によってねじが変形しメッキが割れたかなど、局部に水素が潜入し、水素 脆性を引き起こし、破断したのではないかと考えられる。



図6.3-2 環境調査実験結果写真

ii)本実験では、SUS410(マルテンサイト系)一般窒化処理ねじと共に、本研究の「SUSXM7 材・ 低温プラズマ窒化処理ねじ」で図6.3-1の実験を行い、約24時間毎に観察を行った結果、本 研究ねじには全く影響は無かった。またその後の6.2-5)の1,500時間時の確認でも影響は 無かった。

iii)本研究の成果として、「SUSXM7材・低温プラズマ窒化処理ねじ」では、表面を一般熱処理ねじ と同様に表面硬化層を持ちながら、ねじ本体は靱性を有することから、脆性破断は全く起こらな いことが確認された。このことから木造建築用の耐震補強システム構造用ねじとして最適である ことが確認できた。

6. 3-5) 耐震性能評価試験

本研究ねじの目的とする「木造耐震補強システム構造用ねじ」としての耐震性能評価を「大阪大 学 接合科学研究所」と連携し、「超高速衝撃構造性能評価システム(大阪大学接合科学研究所設 置)」(図6.3-4及び図6.3-5)によって耐震試験を行った。

6. 3-6) 試験内容

図6.3-4の試験体を図6.3-5の試験装置にて高速または静的試験で行った。試験方法 はT形補強金物の裏、表、両面に縦方向に16本の各ねじで締結した供試を上方向に引っ張り、締 結ねじの強度を調べた。試験ねじは、各同形状のねじとし、「SWCH18A(一般浸炭焼き入れ)」、「SUS410

(一般窒化処理)」の施工性能を重視した一般 熱処理ねじ(JIS B1125 相当品)、および靭性 を優先した本研究ねじ「SUSXM7(プラズマ窒化 処理)」についてそれぞれせん断強度比較試験 を行った。



図6. 3-4 耐震試験用T形補強試験体


#### 6.3-7)結果および考察

試験の結果、施工性能(強度)を優先した「SWCH18A(一般浸炭焼き入れ)ねじ」では、最大(約) 30KN にて頭飛び状態で破壊した。同様に「SUS410(一般窒化処理)ねじ」では、最大(約)38KN にて頭飛び状態で破壊した。しかしながら、靭性を優先した本研究ねじ「SUSXM7(プラズマ窒化処 理)ねじ」では、他のねじの強度をはるかに上回る最大(約)62KN で、ねじ軸部がせん断状態で 一気に破壊した。破壊状態の観察から、一般に使用されている「SWCH18A(一般浸炭焼き入れ)ね じ」および「SUS410(一般窒化処理)ねじ」では、「JIS B1125」の要求硬さに熱処理され、靭性が殆 ど無い硬いねじであるため、各ねじの破壊が集中せず、負荷が掛かったねじから順に破断が始ま るために破壊最大強度が上がらなかったものと思われる。一方、靭性を有した本研究ねじ「SUSXM7 (プラズマ窒化処理)ねじ」は、靭性によって負荷が掛かったねじは少しの伸びを発生させ、複数 本の各ねじの強度が一体化され、一気に破壊に至ると考えられ、高い強度が得られていると思わ れる。正に、本研究ねじの性能特性は、「耐震補強システム構造用ねじ」として、最も重要な要素 を有しているねじであることが証明され、商品化に向けて優位な性能として評価できた。今後の 活動として、本研究で得た最も重要な「環境が及ぼす影響」の危険性をさらに調査しながら本開 発ねじに反映させ、市場のニーズに応えると共に商品化に向けて、さらに開発を進める。

## 第7章 全体総括

7.1) 大容量2室方式バレル式プラズマ浸炭・窒化大量処理炉の開発研究

7.1-1)大容量2室方式バレル式プラズマ浸炭・窒化大量処理炉の設計製作

○目標

当該開発研究では、平成18年度地域新生コンソーシアム事業の成果である一度に多数個の部 品を処理できる小型バレル式プラズマ浸炭・窒化大量処理装置をモデルとして、実用化の観点か ら処理バレルの大容量化を図るとともにプラズマ浸炭・窒化及びその複合処理を可能とする2室 式大型処理装置を設計製造する。回転式バレル容器の大容量化に対しては、プラズマ処理温度に おいて長時間の連続運転に耐えられる十分な強度を有するバレル容器及び回転軸の開発、処理製 品品質の十分な均一化を図るためにバレル内外のプラズマ雰囲気ガスの流れ及び製品の回転移動 を可能とするバレル容器形状(穴パターン、内面リブ)の設計製作を行う。

○成果

プロジェクト初年度である平成20年度の目標であったプラズマ浸炭・窒化複合処理を念頭に おいた2室式の大型処理装置を設計製造した。設計製造においては、回転式バレル大容量化を図 るとともに、十分な強度を有するバレル容器及び回転軸を開発し、処理製品品質についても十分 な均一化を可能とするようバレル容器形状を考慮した。

7.1-2) 雰囲気温度制御法の開発

○目標

大量製品の安定した品質を得るためには、製品の処理温度が重要であり、本開発研究ではプラ ズマ放電加熱以外に炉内ヒーターを設置して、均一温度化を図るためにヒーター形状及びその配 置の最適化を行う。このためにバレル内雰囲気温度計測法を開発し、プラズマ放電条件を組み合 わせた温度制御システムを開発する。

○成果

大量製品の安定した品質を得るためには、製品の処理温度の安定制御が重要であるため、装置 に前面内部ヒーターを追加するとともに、多点温度計測などによりヒーター加熱とプラズマ加熱 電源の制御を一体で行うことにより、高精度な温度制御を可能とした。また、放電痕の原因とな る異常放電の大幅な抑制に成功した。処理ステップの複数化などにより高品位な処理を行うこと が可能となり、今まで処理の対象で無かったような精密小物部品に対してもプラズマ浸炭、窒化 処理が可能となった。

7. 1-3)装置耐久性の評価

○目標

連続運転および長期間運転後の回転式バレルを含む装置部品の耐久性を評価し、必要に応じて 改造・改善を行い、実用化装置に向けて開発を行う。 ○成果

軸受け用評価装置導入により、開発当初の問題となっていた駆動方法及び回転軸部の改善、改造を行った。その結果、窒化処理温度より高い浸炭処理の温度域である 550℃で長時間運転を行なった場合においても、問題なく運転できることが確認され、実用化に向けた開発が完了した。

- 7.2)小物部品の低温プラズマ浸炭・窒化大量処理操業システムの開発
- 7.2-1)優れた表面処理層の均一性及び製品間の品質均一性を可能とする処理雰囲気制御シ ステム開発

○目標

開発対象のオーステナイト系ステンレス鋼製小物製品(HDD スピンドルモータシャフト及びタ ッピンねじ)に対して、350℃~500℃の低温プラズマ浸炭・窒化処理により、表面処理層の均一 性及び製品間の品質均一性に及ぼす製品投入量及び処理パラメータ(バレル回転数、プラズマ放 電条件、雰囲気圧力、雰囲気ガス組成、加熱ヒーター電力)との関係を明らかにし、当該大量処 理操業システムを開発する。

#### ○成果

<u>バレル回転数</u>に関しては以下の点が明らかになった。ねじ部品は形状的に隙間を多く有するため、個々の処理品に対しプラズマ放電が均一に発生する。そのため、バレル回転数 0.3~0.5rpm 程度で適切に攪拌することにより、均一な窒化S相および浸炭S相が形成された。キズや打痕、 放電痕が問題となるスピンドルシャフトは、処理品をコンベア状に配して適切な距離を転動させ るスイング方式での大量処理が適切であった。<u>プラズマ放電条件</u>に関して、回転式バレルにて処 理を施す場合のプラズマ電圧は、400V以下が適切であり、プラズマ放電加熱能力を上げるにはパ ルス比の調整により、投入電力を高める手法が好ましいことが明らかとなった。プラズマパルス 停止幅が数百µ秒となるように投入電力の変動幅を制御することにより、均一なS相が形成され た。<u>雰囲気圧力</u>に関しては、ガス流量 400~500 (CCM) 程度が適切であり、700 (CCM) 以上では グロー放電が弱くなった。<u>雰囲気ガス組成</u>については、窒化処理時はN<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>=1/1~2/1 が適 切であり、浸炭処理時ではA r ガス比率数%程度が適切であった。これ以上の割合にした場合には アーキング発生頻度が高くなることがわかった。<u>加熱ヒータ電力</u>に関しては、浸炭または窒化処 理時のプラズマ電流 6.0~13.0A 程度となるように内部ヒーター加熱電力を設定することにより、 当該大量処理装置内の温度バラツキが±4℃以内に制御可能となった。

その他、窒化処理温度に関しては、回転式バレルにて窒化S相を形成するためのプラズマ窒化 処理温度は400℃、スイング方式の場合は420℃が適切であった。また、浸炭-拡散(スパッタリ ング)をパルス的に繰返すことにより、炭素析出によるスス発生の無いプラズマ浸炭処理が実現 できた。製品間の品質均一性95%を達成すためには、製品として必要な最低限の処理層厚さに対 して、約14%増しの厚さを狙って処理層を形成すればよいことが確認できた。

7. 2-2) 浸炭・窒化複合表面処理層の形成技術の開発

○目標

浸炭層(硬さは低いが靭性を有する)と窒化層(硬さは高いが靭性が低い)を組み合わせた複 合表面処理層を低温プラズマ処理でオーステナイト系ステンレス鋼製品に形成する処理技術の開 発を行う。このために浸炭層及び窒化層の内層/外層の組合せ及びこれらの厚さ、硬さの制御条 件を明示する。

○成果

浸炭処理は窒化処理に比べて処理品の表面性状の影響を受け難く、均一な浸炭S相を形成する ことを確認した。また、スイング式プラズマ浸炭窒化複合処理法により、表面性状に関わらず均 一な浸炭窒化S相をスピンドルシャフトに形成することを可能にした。

以上のように、処理品の仕様に合うように治具形状、各種パラメータ制御および表面処理法を 最適化することにより、当該プラズマ浸炭・窒化大量処理装置において優れた表面処理層の均一 性および製品間の品質均一性を可能と出来ることが確認された。

7.2-3) 一般汎用部品の受託加工を目指した小物精密部品等の浸炭・窒化処理の市場開拓 ○目標

鉄鋼やチタン製の一般汎用小物部品や小物精密部品のバレル式プラズマ浸炭・窒化処理を実施 し、表面硬化特性を明らかにして、当該開発表面熱処理システムの市場開拓を行う。

○成果

オーステナイト系ステンレス鋼は耐食性、耐熱性に優れる、非磁性である等の理由から当該研 究対象であるHDDスピンドルモータシャフトやタッピングねじの他にも、食品や薬品の製造装置 または過給機など幅広い分野の摺動部品に使用されている。しかしほとんどの機械部品は耐摩耗 性を要求される場合が多く、これを向上させるために表面硬化処理を施すと耐食性が低下すると 云う矛盾を抱えたまま使用されている。これらの対策として、特殊なガスを利用する手法やプラ ズマを利用した処理が行われている場合もあるが、ススの発生により後処理が必要、小物部品の プラズマ処理は非常に生産性が悪いなどの理由でコスト高となっている。このような状況を鑑み ると、当該研究で開発したプラズマ大量処理操業システムは、オーステナイト系ステンレス鋼製 小物部品に耐食性と耐摩耗性に優れる浸炭S相、窒化S相またはこれらの複合S相を均一に形成 可能なために、機能性、生産性の観点から様々な分野の市場に適用可能であると考える。

7.3) プラズマ浸炭・窒化複合表面処理層の特性評価及びデータベースの構築

7. 3-1) プラズマ浸炭・窒化複合表面処理層の特性評価

○目標

開発対象小物部品の開発に適用するために、オーステナイト系ステンレス鋼部品の複合表面処 理層の硬さ、厚さ、微細組織及び成分分析を行い、その耐摩耗性及び耐食性を評価して複合表面 処理層の形成組織との関係を明示し、データベースを構築する。

○成果

市販のオーステナイト系ステンレス鋼5種類 (SUS304, SUS316, SUS304J3, SUS321, SUS347)

について、様々な処理条件で、低温プラズマ浸炭処理、低温プラズマ窒化処理、および(浸炭+ 窒化) 複合処理を施し、処理層の基礎的特性と耐食性を評価した。その結果、プラズマ処理特性 に及ぼす添加合金元素の影響を明らかにすることができた。また、浸炭によるS相と窒化による S相の差異について、その生成機構に関わる知見を得ることができた。さらに、(浸炭+窒化) 複 合処理における処理条件の決定の際には、浸炭処理と窒化処理を単独に施す際の理想的な処理条 件を予め明らかにしておけば、その条件を(浸炭+窒化) 複合処理においても採用できることを 明らかにした。

# 7.3-2)開発対象製品における表面硬化層の硬さ、厚さ、微細組織、成分分析及び耐食性の 評価

○目標

開発対象である HDD スピンドルモータシャフト及びタッピンねじの低温プラズマ浸炭・窒化複 合表面処理層の硬さ、厚さ、微細組織、成分分析及び耐食性の評価を行い、そのデータを第2章 及び第5章にフィードバックして、開発対象製品の開発支援を行う。

○成果

バレル式プラズマ浸炭・窒化処理装置を用いてプラズマ窒化処理、プラズマ浸炭処理、および プラズマ浸炭窒化複合処理を施したスピンドルモータシャフトおよびタッピンねじについて、処 理層の断面ミクロ組織観察およびヌープ硬さ分布測定を行い、外面、端部や内面などの部位によ る処理層の厚さの違いを確認した。また、タッピンねじについては、表面処理層の均一性と製品 間の品質均一性の評価およびねじ頭部の塩水噴霧試験を行った。得られたデータは、最適な処理 条件の確立に資するため、他の参画メンバーに随時提供した。

7. 3-3) データベースの構築

○目標

当該研究開発で得られた表面熱処理データをもとに、今後の実用化に向けてオーステナイト系 ステンレス鋼製品の当該表面熱処理技術に関するデータベースを構築する。

○成果

本研究を通じて得られたデータは、逐次、他の再委託先のメンバーに対して報告し、研究推進 委員会を通じて、データとノウハウの共有に努めた。また、プロジェクト参画企業以外の技術者、 研究者に対する技術の普及のため、国際学会および国内における研究発表会、海外雑誌への論文 投稿を通じて、成果の公表を行った。

7. 4) バレル式プラズマ放電特性評価

7. 4-1) バレル式プラズマ浸炭・窒化処理時のプラズマ分光計測

○目標

プラズマ分光計測法によりバレル容器内のプラズマ状態を計測し、バレル式プラズマ浸炭・窒 化処理により、部品が密集し、接触しているにもかかわらず、複雑形状な部品表面に均一に表面 硬化層が形成される機構を解明し、第2章の大量操業処理システムの構築に資するとともに、当 該システムの実用化技術に向けた学術的な裏付けを行う。

○成果

プラズマ分光計測法により窒化処理中のバレル容器内のプラズマ状態を計測し、当該システム の実用化技術に向けた学術的な裏付け試みた。同一の投入電力及び処理温度において、雰囲気ガ ス組成を変化させて窒化処理を行ったときの、プラズマ分光計測の結果と、形成される窒化層の 厚みを比較検討した。結果としN<sub>2</sub>混合率の上昇に伴いN<sub>2</sub>+の密度が増加し、主として被処理物 酸化膜の効果的なスパッタリング作用と、窒素供給量そのものが増加することにより窒化層の厚 みに増加が見られた。一方で、雰囲気ガスにH<sub>2</sub>を混合させない場合、窒化層が形成されなかっ た。これは、窒化に用いるN<sub>2</sub>ガスの不純物等に含まれる酸素に対する、水素による還元作用が 皆無となり、窒化反応が阻害されるものと考えられる。また、N<sub>2</sub>混合率が高い場合、N<sub>2</sub>+の密 度が増加しエネルギー伝達効率が上昇することから、陰極となる被処理物の温度が上昇し放電形 態がアーク放電に遷移し易くなるものと予想される。このことから、グロー放電が維持できる条 件範囲内で、出来るだけN<sub>2</sub>混合率を増加させることが、窒化速度を向上させるうえで望ましい ものと推測された。

また、バレル内での窒化処理の均一性を評価し、これに影響を及ぼす要因を明らかにした。バレル内各位置での放電発光写真より、ガス導入口に近い位置からの放電発光がその他の位置に比べて若干強いことが確認できた。これは、圧力が高くなるガス導入口付近において電力の消費量が多いことを示唆している。バレル内での電子密度及び電子温度分布の測定結果から、放電発光が強くなるガス導入口付近において、電子密度、電子温度ともに高くなる傾向が見られた。同領域では窒化層の厚みが増すことが実験により確認されたが、これは上述の高い電子密度及び電子温度が寄与しているものと考えられる。本知見を反映させて、第2章では対流加熱装置を導入し、均一性を向上させることが可能となった。

- 7.5)低温プラズマ浸炭・窒化及びこれらの複合表面熱処理による耐久性に優れた HDD スピン ドルモータシャフトの開発研究
- 7.5-1)低温プラズマ浸炭・窒化複合表面熱処理による耐久性に優れた表面硬化層を形成す る熱処理条件の明示

○目標

オーステナイト系ステンレス鋼モータシャフト材に対する 350℃~500℃の低温プラズマ浸 炭・窒化複合表面熱処理を行い、耐久性に優れた表面硬化層を形成する熱処理条件を明示する。

○成果

処理温度 425~450℃で材質 SUS304Se の HDD スピンドルモータシャフト表面に高耐食性を有す

る表面硬化層(S相)を形成することが出来た。しかしながら、一部、シャフト部位によっては、 耐食性試験にて腐食の発生が見られた。外観について厳しい規格を定めているモータシャフトに おいて、回転式バレル処理ではキズ・打痕の発生が避けられない結論に至り、回転式をシャフト 平置きのスイング式とすることで規格を満足するレベルに仕上ることが可能となった。また、同 じく外観を悪化させていたプラズマ放電痕はパルス幅の短縮で改善が可能となった。シャフト外 径全周に均一層を形成させるためには、H<sub>2</sub>及びArスパッタ前処理と窒化前浸炭処理が効果的 であった。

スイング式バレルプラズマでの最終処理は浸炭 2h + 窒化 4h 処理であり、条件は、温度;425  $\mathbb{C}$ 、 電圧;450 V、ガス比(N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>);300/300 SCCM、パルス比(On/Off);100/100  $\mu$  s、H<sub>2</sub>+Ar スパッタ前処理である。

## 7.5-2)低温プラズマ処理をしたモータシャフト材の製品基本特性の評価と最適表面熱処理 条件の明示

○目標

モータシャフト材の製品基本特性である寸法精度、表面粗さ、非磁性及び耐食性の評価を行い、 その結果を第2章にフィードバックして製品特性の条件を満足する最適表面熱処理条件を明示す る。

#### ○成果

最終処理条件で作製したモータシャフトについて基本特性として、①硬度、②層均一性、③耐 食性、④表面粗さの評価を実施した。硬度は規格値を満足し、部位に寄らず均一層の形成が確認 出来た。しかしながら、耐食性では高温高湿試験において腐食が発生する部位があり、規格を満 たすには至らなかった。S相が形成されている部位においても腐食があることから処理後表面の 清浄度低下と考えられる。従って、適した後洗浄工程の新規検討により耐食性は改善する可能性 がある。表面粗さについては、処理後状態では規格を満足しなかった。低温プラズマ浸炭・窒化処 理シャフトにラッピング処理を行えば規格を満たすことが出来る。

7.5-3) 低温プラズマ浸炭・窒化複合表面熱処理を行った HDD スピンドルモータシャフトの 耐久性評価

○目標

実機加速試験により、試作HDD スピンドルモータシャフトの耐久性を評価し、その結果を第2 章にフィードバックすることにより耐久性の向上を図るとともに当該製品の実用性を確認する。

#### ○成果

モータ軸受の耐摩耗性評価としてモータ実装時に摺動相手材となる部品との組合せで摩耗試験 を行った。低温プラズマ浸炭・窒化処理されたシャフトは高耐久性をもつことが示された。一方で、 シャフト表面粗さについては前述のように規格を満足していないため、摺動相手材となる部品に 現行比で摩耗増加が見られた。しかしながら、ラッピング処理を行い、表面粗さを規格内に仕上 げた場合には現行同等性能となり、規格を満たすことが可能であるとわかった。

7.6) 耐摩耗性と靭性に優れたブレーキングリブを有する新形式のタッピンねじの開発研究

7.6-1)ブレーキングリブを有する新形式のタッピンねじの設計製造

○目標

ブレーキングリブを有する新形式のオーステナイト系ステンレス鋼製タッピンねじの設計・製 造を行う。

#### ○成果

プラズマ浸炭または窒化処理されたねじのねじ径がブレーキ効果に及ぼす影響を調査したところ、当該ねじは靭性を有するため、処理を施してもねじり強さに反映されないことが確認された。 このため、トルクアナライザー及びタッピンねじ軸力測定器を用いて、処理前のねじに対してね じ込み試験を行った。ねじ面摩擦などのトルク測定の結果から、最小限必要なねじ径は5mmであ ることが明らかとなった。また、檜木材や木材の節目部分などの硬い対象物に対して用いる場合、 ねじ径5mmではねじ長さ30mmが上限となることが判明した。これらの知見に基づき、商品化に向 けた設計を行うこととした。

7.6-2)ブレーキングリブ付複雑形状のねじの表面に均一に表面硬化層を形成する熱処理条件の明示

○目標

複雑形状のねじとブレーキングリブの表面外観に沿って均一な厚さで表面硬化層を形成する 350℃~500℃の低温プラズマ熱処理条件を第2章と連携して明示する。

#### ○成果

プラズマ窒化処理にて「425℃×5hr」・「450℃×5hr」・「475℃×5hr」のサンプルを作成し、ブレーキ効果試験を行った結果、各処理ねじ共にブレーキ効果は認められるものの、商品化のための最適処理条件は、「475℃×5hr」であることが確認された。しかしながら、「475℃×5hr」の処理では、ねじの表面層に黒色の異常層が形成され、耐食性に劣ることが判明した。このため、第2章及び第3章と連携し、改めて最適処理条件の検討を行った。その結果、第3章から得られた、プラズマ窒化処理と同等の温度でプラズマ浸炭処理を行うことにより、表面の異常層の発生を抑えることができ、硬化層も深化可能との知見に基づき、第2章と連携して「440~450℃×4~7hr」の条件にてプラズマ浸炭処理行った。結果として、「475℃×5hr」でのブラズマ窒化処理ねじと同等のブレーキ効果が確認された。また、プラズマ窒化で発生した表面の異常層も少なく、簡単な酸洗でS相を表面化することができ、168時間の塩水噴霧試験でも全くサビが発生しないことが確認された。

本計画では当初、「浸炭+窒化」の複合処理を想定していたが、前述の問題点(異常層の発生) 及びコスト面から、「プラズマ浸炭処理」が有効なことが明らかとなった。 7. 6-3) 表面熱処理タッピンねじの製品基本特性評価

○目標

低温プラズマ熱処理を行ったタッピンねじに対して、薄鋼板に対するねじ込み試験、締め付け トルク試験、軸力試験によるブレーキングリブ効果評価、曲げ試験による靭性評価を実施し、要 求性能を満足する表面熱処理条件を第2章と連携して明示する。

#### ○成果

低温プラズマ浸炭及び窒化処理したねじの曲げ試験では、90°以上曲げても折れることは無く、 靭性を保つことが確認された。また、表面硬化によるブレーキ効果についても、プラズマ窒化処 理「475℃×5hr」では軸力 1.7KN でブレーキ効果が生じ保持され、同様にプラズマ浸炭処理「450℃ ×7hr」では軸力 1.52KN でブレーキ効果が生じ保持された。このように、耐震構造用ねじとして 十分な性能を確立することができた。

環境等の影響調査では、現在一般的に用いられている「SUS410 材・一般窒化処理ねじ」と「SUSXM7 材・低温プラズマ浸炭・窒化処理ねじ」を用いて、実際の使用環境に近い条件にて調査を行った。 木材に金物を締結し水に沈めるといった方法により実験を行った結果、「SUS410 材・一般窒化処 理ねじ」では、木材に水が含まれることにより、木材に含まれる有機成分が溶け出し、水素脆性に よる頭部破断が生じた。一方、「SUSXM7 材・低温プラズマ浸炭・窒化処理ねじ」では全く影響が無 いことが明らかとなった。

また、実際に耐震補強用ねじとして使用した場合の性能調査についても併せて実施した。「SWCH 材・一般浸炭ねじ」と「SUS410・一般窒化処理ねじ」、さらにこれと同形状の「SUSXM7 材・低温プ ラズマ浸炭・窒化処理ねじ」を用いて、木材の両側にT形補強金物を組み付け、「耐震試験装置(大 阪大学 接合科学研究所に設置)」を用いて耐震試験を行った。その際の破壊(破断)ねじ本数は 16本であった。結果として、「SWCH 材・一般浸炭ねじ」では約 30KN で、「SUS410 材・一般窒化処 理ねじ」では約 38KN で破壊(破断)した。一方、「SUSXM7 材・低温プラズマ浸炭・窒化処理ねじ」 では約 62KN と高い強度が得られ、「耐震補強ねじ」として十分な性能を有していることが証明さ れた。

7.7)技術的目標値の達成状況

# (1) <u>大容量2室方式バレル式プラズマ浸炭・窒化大量処理炉の開発及び小物部品の低温プラズマ浸</u>炭・窒化大量処理操業システムの開発

平成18年度採択地域コンソーシアムで試作した小型バレルの4倍の大容量化(処理バレル寸法:内径400mm、長さ400mm、部品処理重量:5Kg)を実現し、さらに2室式を採用することによりプラズマ浸炭とプラズマ窒化の複合処理を可能とした。また、オーステナイト系ステンレス鋼製小物製品(HDDスピンドルモータシャフト及びタッピンねじ)に対して、350℃~500℃の低温プラズマ浸炭・窒化処理を実現した。部品部位における表面熱処理層厚さの均一性及び部品間の品質均一性がそれぞれ目標値の95%以上を満足する大量処理操業プロセスシステムの開発に成功した。当該システムはバレル内温度を目標温度の±8℃以内で制御することができ、プラズマ処理温度において48時間以上の連続運転が可能となった。

(2)<u>低温プラズマ浸炭・窒化及びこれらの複合表面熱処理による耐久性に優れた HDD スピンドル</u> モータシャフトの開発研究

オーステナイト系ステンレス鋼モータシャフトに対して処理温度 425℃で低温プラズマ浸炭・ 窒化複合表面熱処理を行い、厚さ7~8µm、硬さ HV1000 以上の表面硬化層を形成する熱処理条件 を確立した。また、表面硬化層が高耐食性を示すことを確認できたが、処理により層表面に生じ た腐食層の洗浄を要することが明らかとなった。実機加速試験により、処理されたモータシャフ トは高耐久性をもつことが示された。一方、表面粗さの評価を行ったところ、処理後状態では規 格を満足しなかったが、この点に関しては処理後のシャフトにラッピング処理を行うことにより 規格を満たすことが出来る。時間の制約上、検討の優先順位から、非磁性及び寸法精度に関して は測定されなかった。

#### (3) 耐摩耗性と靱性に優れ、かつブレーキングリブを有する新形式のタッピンねじの開発研究

オーステナイト系ステンレス鋼タッピンねじについては、430℃で4時間のプラズマ浸炭処理を 施すことにより均一な厚さの表面硬化層が形成され、その最表面で800HK、表面から10µmの深 さで650HKの硬さが得られることを確認した。従って、浸炭処理あるいは浸炭処理と窒化処理を 複合する際に650HK以上の硬化層を10µm以上の厚さで得るためには、430℃×4時間を上回る 温度と時間で浸炭処理を施せば良いことがわかった。また、耐震補強用木材に対するねじ込み試 験、締め付けトルク試験、軸力試験によるブレーキングリブ効果評価を行うとともに、90度曲げ 試験による靭性評価を実施し、要求性能を満足する表面熱処理条件を確立した。さらに、タッピ ンねじの耐食性についても評価し、要求性能を満足することが明らかとなった。

7.8)まとめ

当該研究開発では、平成18年度採択の地域新生コンソーシアム事業にて開発されたマイクロ パルス放電と回転バレル装置を組み合わせたプラズマ浸炭・窒化大量処理用小型装置を用いたシ ステムの実用化を目指して、同時に多数個の小物部品(積算重量5kg)を処理できるようにバレ ル容量を大容量化した。そして、オーステナイト系ステンレス鋼に適用可能な350℃~500℃の低 温処理温度で、新たに浸炭と窒化の複合処理を可能とする2室式からなる大型バレル式プラズマ 浸炭・窒化複合処理装置、及び大量処理にかかわらず表面処理層厚さの均一性及び製品間の品質 均一性が各々目標値の95%以上を満足する大量処理操業システムの開発を行った。その結果、前 述のように当初掲げた技術的目標値についてはほぼ達成することができた。

本研究にて開発された大容量2室方式バレル式低温プラズマ浸炭・窒化大量処理システム技術 によるオーステナイト系ステンレス鋼の耐食・耐摩耗性に優れた小物部品は極めて基本的な部品 であり、その用途は多種多様で極めて広範囲に及ぶ。本研究開発事業で代表的な適用例として検 討した HDD 小型精密モータ用スピンドルモータシャフトと住宅向け耐震補強金具固定用タッピン ねじについては、今後の事業化にむけて、処理コストの最小化、モータシャフトの表面粗さと耐 食性の問題をクリアすることが補完研究の課題である。

また、当該表面処理システム技術は、ステンレス鋼のみならず一般鋼材やチタン合金などの小

物部品にも適用可能である。さらにプラズマ放電により個々の部品が直接加熱されるために、既 存の浸炭・窒化処理炉のように処理炉全体を高温に加熱保持する必要がなく、このため省エネル ギーに優れており、かつバレル方式により一括大量処理が可能であり、低コスト、工程短縮をも たらし、高い処理コストで国際競争力を失い苦境に立つ中小企業を主とする国内表面熱処理業界 にも大きな市場活性化の効果をもたらすと予測される。

## 【プロジェクトの管理・運営(財団法人関西情報・産業活性化センター)】

プロジェクトの目標を達成するために、本年度は3回の研究推進委員会を開催し、参 画機関の研究推進状況及び研究開発に関する情報交換を行い、研究開発の意思決定や計 画の見直しを適切に実施した。また、必要に応じて、技術会議を開催し、問題点を適切 かつ迅速に解決した。さらに、事業管理者が参画機関と綿密に連携をとり、問題点の把 握や対策方法について検討し、プロジェクト内で迅速に対応できるようにした。

#### 5.1)研究推進委員会の開催

下表5-1に示すように、平成22年度は、研究推進委員会を3回開催し、各担当課題の進捗 状況の報告を行い、加えて、第1回では、本プロジェクトの通年計画につき論議し、第3回では、 最終年度を終了するにあたりプロジェクトの総括を行った。研究推進委員会の構成員は下表5-2を参照。

研究推進 委員会	日時	場所	内容
第1回	平成22年6月24日(木) 14:00~17:00	関西情報・産業 活性化センター	<ul> <li>・本年度実施計画および各機関</li> <li>の研究計画の説明等</li> <li>・各担当課題の進捗状況報告</li> </ul>
第2回	平成22年10月15日(金) 14:00~17:00	関西情報・産業 活性化センター	<ul> <li>・各担当課題の進捗状況報告</li> </ul>
第3回	平成23年2月2日(水) 14:00~17:00	関西情報・産業 活性化センター	・各担当課題の進捗状況報告 ・プロジェクトの総括

表5-1 研究推進委員会の開催日時、場所および内容

#### 表 5-2 研究推進委員会の構成員

氏名	1	役職	所属
ΡL	田中 学	教授	大阪大学
SL	種岡 一男	技術顧問	国友熱工株式会社
委員	田代 真一	助教	大阪大学
委員	津村 卓也	助教	
委員	坪田 輝一	代表取締役社長	国友熱工株式会社
委員	坂田 博史	取締役	平田ネジ株式会社
委員	澤井 幹	主任	
委員	高橋 良政	取締役	株式会社東亜精機工作所
委員	香山 一夫	課長	
委員	市川 操	課長	日本電産株式会社
委員	小村 健	サブリーダー	
委員	上田 順弘	主任研究員	大阪府立産業技術総合研究
委員	榮川 元雄	主任研究員	所

アドバイザー	中田 一博	教授	十屆十世
アドバイザー	崎野 良比呂	助教	八國八子
アドバイザー	長田 幸雄	主担	株式会社ケー・ブラッシュ商
アドバイザー	新井 淳二郎	シニアマネジャー	숲
アドバイザー	福岡 俊道	教授	神戸大学大学院

## 【謝辞】

本プロジェクトを遂行するにあたり、近畿経済産業局産業部製造産業課ものづくり産業支援室 の永田慶治 調査官には、多大なご指導を賜り深謝申し上げます。また、アドバイザーとして、大 阪大学 中田一博教授、崎野良比呂助教、ケー・ブラッシュ商会 故 長田幸雄主担、新井淳二 郎シニアマネジャー、神戸大学大学院 福岡俊道教授には、ご指導を賜り心より感謝申し上げ ます。

以上