# 平成 26~27 年度中小企業経営支援等対策費補助金 (戦略的基盤技術高度化支援事業)

「電解式不動態皮膜改質技術によるステンレス鋼の 耐塩素孔食・対応力腐食割れ性の飛躍的向上技術」

研究開発成果等報告書

平成 28 年 3 月

担当局 中国経済産業局

補助事業者 公益財団法人ひろしま産業振興機構

# 目 次

## 1 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び取組みの評価	1
1-1-1 研究開発の背景・研究目的	1
1-1-2 研究開発体制	1
1-1-3 研究開発の概要	1
1-1-4 研究開発の目標と取組みの評価	2
1-1-5 当該研究開発の連絡窓口	3
2 導入した機器設備について	
2-1 定荷重応力腐食割れ試験機	
2-2 孔食試験用恒温恒湿器	
2-3 ポテンショガルバノスタット	4
3 補助事業の具体的内容	
3−1 研究開発の目標	
3-2 研究開発の実施内容	U
3-2-1 ステンレス鋼の不動態皮膜の耐腐食性向上	
3-2-1-1 電解液の高度化と新規開発	
3-2-1-2 電解液の性能評価	6
① 孔食試験	
② 塩乾湿複合サイクル試験	
③ ヒューイ試験	
④ イソシアヌル酸試験	
⑤ 応力腐食割れ試験	
⑥ 屋外曝露試験	
⑦ 硫酸腐食試験	
	8
	9
	9
	9
	9
	9
	9
3-2-3-2 データ出力機能を付加した装置の試作	9

# 4 成果及びその効果

4-1 ステン	・レス鋼の不動態皮膜の耐腐食性向上	· 10
4-1-1 電解	<b>翠液の高度化と新規開発</b>	· 10
4-1-2 電解	<b>翠液の性能評価</b>	· 10
4-1-2-1	塩乾湿複合サイクル試験	· 10
	ヒューイ試験	
4-1-2-3	イソシアヌル酸試験	· 12
4-1-2-4	応力腐食割れ試験	· 13
4-1-2-5	屋外曝露試験	· 17
4-1-2-6	硫酸腐食試験	- 20
4-1-3 耐腐	<b>氰食性向上メカニズムの解明</b>	- 20
4-1-3-1	孔食試験	- 20
4-1-3-2	孔食電位の測定	· 21
4-1-3-3	電解処理による耐腐食性及び耐応力腐食割れ性向上の	
	メカニズム	22
4-1-4 不重	助態皮膜中の添加元素の分布と金属との結合状態の解明	25
4-1-4-1	XPS 及び TOF-SIMS による分析結果	25
4-2 不動態	皮膜を形成するプロセス技術の高度化	· 27
4-2-1 小物	物部品の大量処理用通電方式の開発	27
4-3 不動態	皮膜の検査及び評価手法の高度化	28
	- タ出力機能を付加した装置の試作	28
	3001	
5 事業化風	展開について アン・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	
5-1 成果が	·寄与すると想定している3つのビジネスモデル	29
	テンレス溶接関連業界(既存ルート)への販売	29
	ノテナンス事業 ····································	29
5-1-3 ライ	「センス供与	29
5-2 事業化	の見込み	29
	テンレス溶接関連業界(既存ルート)への販売	29
	ノテナンス事業	30
	イセンス供与	30
	に至るまでの遂行方法並びに今後のスケジュール	30
		-

## 6 知的財産権等

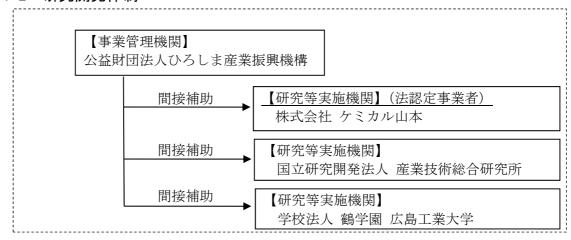
#### 1 研究開発の概要

- 1-1 研究開発の背景・研究目的及び取組みの評価
- 1-1-1 研究開発の背景・研究目的

ステンレス鋼が開発されて約 100 年、日本での実用は半世紀の歴史を持つ。ステンレス鋼の優れた耐食性は、Cr リッチな組成に加え、50~60℃の熱濃硝酸中に一定時間浸漬することで作られる厚さ数ナノメートルの酸化物系の不動態皮膜の作用による。しかし、塩素イオンはこの不動態皮膜を破壊する作用が強く、極微量でも孔食を発生させ、そこに応力が掛かっている場合には、特にオーステナイト系のステンレス鋼では、応力腐食割れを生じるという欠点を有している。このためステンレス鋼の湿食による腐食事例で、応力腐食割れが 38%、孔食が 25%、両者を合わせると 60%を越す発生率が報告されており、従来の酸化物系の不動態皮膜では局部腐食に十分対応出来ていない。

この様な背景の下、本研究では電解処理によるステンレス鋼の不動態皮膜改質という新技術を、従来の酸化物系不動態皮膜の欠点を補い、皮膜品質安定性・安全性、長寿命化という川下製造業者等の共通の課題解決策として、実用化を目指すことを目的とする。

#### 1-1-2 研究開発体制



【総括研究代表者】(PL) 株式会社 ケミカル山本 代表取締役社長 山本 正登 【副総括研究代表者】(SL) 学校法人 鶴学園 広島工業大学 工学部 機械システム工学科 教授 共同研究機構 産学連携推進センター長 土取 功

#### 1-1-3 研究開発の概要

各種プラント設備の破壊・損傷の原因となる「孔食」や「応力腐食割れ」を防止することは、設備の長寿命化にとって最重要課題の一つである。特に、ステンレス鋼の耐食性や耐応力腐食割れ性は表面性状に強く依存することから、その製造プロセスにおける仕上げ工程や、溶接等により製品化された後で、いわゆる「不動態化処理」が施されている。

ここでの研究開発は、ステンレス鋼の不動態化処理を電解法で行う際

に、ある種の元素を電解液に添加することで、孔食や応力腐食割れが革 新的といえるほどに改善されることを見出したので、これを技術として 確立し、世の中に普及させようとするものである。

## 1-1-4 研究開発の目標と取組みの評価

サブテーマ	達成目標	取組みの評価
・	・電解 (F) 中電を ・電解 (B) が、 (F) 中電を ・大のののでは、 (F) 中ででででででである。 ・大ののででは、 (F) 中でででである。 ・大ののででは、 (F) 中ででである。 ・大ののででは、 (F) 中ででである。 ・大ののででは、 (F) 中ででである。 ・大ののででは、 (T) 中でででは、 (T) ででは、 (T) ででは、 (T) では、 (T	・フッ素配合電解液の適正配合を追及し、26 年度にフッ素入りの電解液について高度化を図った。その一つは交流専用の【電解液 F1】であり、もう一つは交直重畳電流専用の【電解液 F3】である。さらに 27 年度にはフッ素、ホウ素配配の【電解液 FB】とフッ素、ホウ素、リチウム配合の【電解液 FB】とよる電解処理で SUS304 2B 材の孔食電位を 283mv から 362mv へ一気に約 28%も向上させることができ、ほぼ目標を達成した。・一方応力腐食割れが発生するまでの時間も SUS304 2B 材 (母材)において、【電解液 FB】による電解処理で 28 時間から 170 時間と約 6 倍まで延ばすことができ、ほぼ目標を達成した。・孔食試験では【電解液 F1】、【電解液 F3】及び【電解液 FB】による電解処理で、腐食減量が未処理の 1/3 に低下しよる電解処理で、腐食減量が未処理の 1/3 に低下しず分かった。・複合サイクル試験と屋外曝露試験の結果から、【電解液 F1】、【電解液 F3】及び【電解液 F1】、【電解液 F3】及び【電解液 F1】、【電解液 F3】及び【電解液 F5】による電解処理で、耐候性の面でも優れた効果を発揮することを証明できた。・ヒューイ試験と硫酸腐食試験の結果から、【F3】や【FB】による電解処理で、孔食の様な局部腐食に見ず、粒界腐食、全面腐食にも効果を発揮するという予想外の成果が得られた。
②耐腐食性向上メカニズムの解明	フッ素配合やフッ素とホウ素配合の電解液による電解処理試料について、孔食電位等電気化学的測定と評価、電子顕微鏡観察を行い、更には③項の状態分析結果を活用して、耐腐食性向上メカニズムを解明する。	孔食電位の測定、電子顕微鏡観察及び③項の状態 分析結果等から、耐腐食性評価試験結果と整合の とれるメカニズムを導出出来た。 この中でフッ素とホウ素の役割について、状態分 析結果や文献からかなり明らかにすることが出 来、目標を達成した。
③不動態皮膜中の FやBの分布、金属 との結合状態解明	F配合電解液及びF、B配合電解液による電解処理試料の不動態皮膜中のFやBの分布、結合状態をXPS及びTOF-SIMSによる状態分析技術を駆使して解明し、耐腐食性向上メカニズムの解明に資する。	不動態皮膜中のFの分布、結合状態が解明できた。更にFの存在で、酸化クロムが不動態皮膜内で濃化していることも判明。更にBも微量ながら不動態皮膜中にホウ素単体、およびBOの形で存在することが突き止められ、メカニズム解明に大いに貢献した。

4)不動態皮膜を形 孔食電位を貴側へシフトし、応力 【電解液 F1】、【電解液 F3】及び【電解液 FB】 成するプロセス技 腐食割れ発生までの時間を延ばす について、電解電圧、電流波形、処理時間の 術の高度化 為に、電源器5機種別に電解処理 電源器別最適化を完了した。 条件を最適化する。小物部品の大 小物部品の大量処理用の通電方式を検討し、 量処理用通電方式を開発する。 試作機を完成した。いずれも目標を達成。 F配合電解液による電解処理試料 実験計画法による測定結果のバラメーターにつ ⑤不動態皮膜の検 き、影響する因子の把握等により、不動態皮膜の 査、及び評価手法の につき、不動態化度簡易判別装置 高度化 による測定法を見直し、同装置の 簡易判別装置用電解液を新規に開発すると共に、 信頼性向上を図る。 孔食試験結果と整合の取れる評価手法を見出し、 目標を達成した。 PCへのデータ出力機能を付加した判別装置の試 作と評価も完了した。平成28年12月商品化予定。

#### 1-1-5 当該研究開発の連絡窓口

〇 公益財団法人 ひろしま産業振興機構 研究開発支援センター 参事 神田 敏和

電話:082-240-7712

○ 株式会社 ケミカル山本企画室 室長 常吉 紀久士

電話:0829-30-0820

### 2 導入した機器設備について

2-1 定荷重応力腐食割れ試験機 (東伸工業㈱製 3CRT-20型)

す。(広島工業大学に設置) 沸騰状態の 42%塩化マグネ シウム溶液 (A 法: 143±1℃) または塩化カルシウム溶液 (B 法: pH=3.5、80±1℃)を 張り込んだ腐食槽に図1に示す平板試験片を単軸荷重で掛けて、種々の荷重下における 破断時間を求めた。

写真1に試験機の外観を示

一方図2に示すノッチ付CT 試験片を用い、腐食槽中で、 種々の応力拡大係数下での き裂伝播速度を求めた。



写真1 定荷重応力腐食割れ試験機

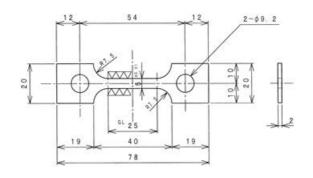


図1 平板試験片

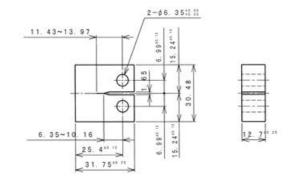


図 2 0.5CT 試験片

## 2-2 孔食試験用恒温恒湿器 (エスペック㈱製 LHU-124型)

写真2に恒温恒湿器を示す。塩化第二鉄水溶液を入れた容器を本装置に入れ、所定温度になった時点で試験片を浸漬し、所定時間放置するというJISに準じた迅速孔食試験により試験片の耐食性を評価した。温度調節や試験液の蒸発を気にすることなく、無人でも試験が出来るため、夜間も利用出来、数多くの試験片を効率よく評価出来た。

#### 2-3 ポテンショガルバノスタット

(プリンストン アプライド リサーチ社製 Versa STAT4 型) 写真3にポテンショガルバノスタットの外観 を、また図3には本装置を含めた孔食電位測定 装置の構成を示す。(広島工業大学に設置)



写真3 ポテンショガルバノスタット



写真 2 恒温恒湿器

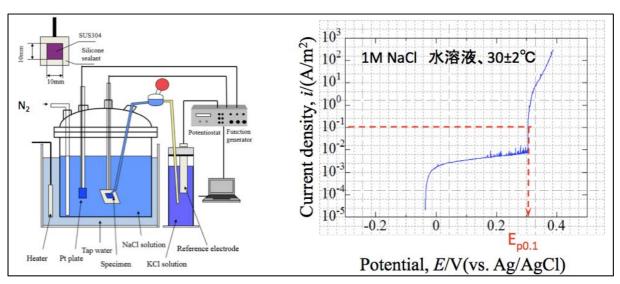


図3 孔食電位測定装置の模式図と孔食電位の求め方

孔食電位測定は、JIS G 0577 に準じて行った。測定に用いた試験片寸法は 20mm x 30mm x 1mm<sup>t</sup> とし、試験表面となる 10mm x 10mm 以外の領域をシリコーンシーラントでシールした。測定では、事前に 30 分間窒素飽和させた 1M NaCl 水溶液  $(30\pm2^{\circ}\text{C})$  中に試験片を浸漬し、対極に白金板を配置し、飽和 Ag/AgCl 電極(SSE) を照合電極として測定を行った。試験片を溶液中に配置後は、溶液内に窒素ガスを 10 分間送った後、窒素ガスを止めて、電解処理によって形成された試験片表面の皮膜を損なわないように、ポテンショガルバノスタットにより、腐食電位(自然電位) から電位をアノード側へ掃引(掃引速度:20mV/min)した。アノード電流が電流密度の低い不動態領域を経て急に立ち上がった時の電位を孔食電位  $(E_{p0.1}: \text{アノード電流 } 0.1\text{A/m}^2$ に対応する電位;図 3(右))とし、これにより NaCl 水溶液中における試料表面の不動態皮膜の強固さや均一性と緻密性を評価した。

## 3 補助事業の具体的内容

#### 3-1 研究開発の目標

テーマ	実施項目	平成 26 年度目標	平成 27 年度目標
①ステンレス鋼	• 電解液配合検	<孔食電位>	<孔食電位>
の不動態皮膜の	討、試作と	SUS304 未処理材に対し、電解処理	SUS304 未処理材に対し、電解処理
耐腐食性向上	スクリーニン	により10%以上貴側にシフト	により30%貴側にシフト
	グ	<応力腐食割れ発生までの時間>	<応力腐食割れ発生までの時間>
	・電解液の性能	SUS304 未処理材 (150hr) に対し電	SUS304 未処理材に対し電解処理後
評価		解処理後 600hr (4 倍)以上	1000hr (7 倍)
②耐腐食性向上	孔食電位等電	フッ素(F)配合電解液による電解	フッ素・ホウ素(B)配合電解液によ
メカニズムの解	気化学的測定	処理試料の測定完了	る処理試料の測定とメカニズム解

明	と評価		明完了
③不動態皮膜中	XPS, TOF-SIMS	F及びB配合電解液による電解処	F、B配合電解液による処理試料
のFやBの分	による不動態	理試料の不動態皮膜中のF及びB	のF、Bの分布、結合状態の解明
布、金属との結	皮膜の状態分	の分布、結合状態の解明	完了
合状態解明	析		
④不動態皮膜を	電源器 5 機種	<孔食電位>	同左
形成するプロセ	別電解処理条	<応力腐食割れ発生までの時間>	
ス技術の高度化	件の最適化	①の目標と同一	
⑤不動態皮膜の	不動態化度簡	F配合電解液による電解処理試料	F、B配合電解液による電解処理
検査、及び評価	易判別装置の	の測定法の見直し完了	試料も含め見直し完了、マニュア
手法の高度化	測定方法の見		ル確立
	直し		PCへのデータ取り出し機能付与

#### 3-2 研究開発の実施内容

#### 3-2-1 ステンレス鋼の不動態皮膜の耐腐食性向上

#### 3-2-1-1 電解液の高度化と新規開発

電解液へのフッ素(F)、ホウ素(B)及びリチウム(Li)化合物の配合を中心に電解液組成を研究し、形成される不動態皮膜の耐腐食性を「迅速孔食試験」により評価、スクリーニングし、電解液の高度化および新規電解液の開発へと進めた。実験材料はSUS304 2B 材とした。

担当研究実施者	実施場所	実 施 内 容
㈱ケミカル山本	クリエイトセンター	・電解液の配合組成検討 ・電解液の試作・スクリーニング

## 3-2-1-2 電解液の性能評価

#### ① 孔食試験

JIS G 0578 に規定された方法にて塩化第二鉄水溶液中に所定時間浸漬後、試料表面に生成したピットの有無と腐食減量を測定し、試料表面での不動態皮膜による防食効果を定性的に評価した。

また JIS に準じた「迅速孔食試験」により、フッ素(F)、ホウ素(B) 及びリチウム(Li) 化合物を配合した電解液について、最適な電解処理条件の選定を実施した。

更に仕上げ(ホット材、2B材、磨き材、BA材)別及び2相ステンレス鋼(SUS329J4L)の最適な電解液の選定も実施した。

担当研究実施者	実施場所	実施内容
広島工業大学	機械システム工学科	・電解処理で生成する不動態皮膜の防食効果を孔食試験により、
(株)ケミカル山本	クリエイトセンター	定性的に評価 ・F、B 及び Li 化合物を配合した 電解液について、最適な電解処 理条件を選定
		・仕上げ別及び 2 相ステンレス鋼 に最適な電解液の選定

#### ② 塩乾湿複合サイクル試験

電解液毎の最適処理条件で処理した試験片で、JIS H 8502 に準じた 塩乾湿複合サイクル試験(20 日間、60 サイクル)を実施し、耐候性向上 に対する電解処理効果の評価と屋外暴露試験との整合性の確認を実施 した。

担当研究実施者	実施場所	実 施 内 容
㈱ケミカル山本	広島県東部工業技術センター	・塩乾湿複合サイクル試験

#### ③ ヒューイ試験

SUS304 2B 材を 650°C 1 時間加熱後徐冷し、鋭敏化処理した試料を用い、1 枚は平成 26 年度に高度化した F 配合の【電解液 F3】(交直重畳電流専用)で電解処理、もう 1 枚は F、B 配合の【電解液 FB】で処理し、未処理試料と共に JIS G 0573 に規定の沸騰 65%硝酸中に浸漬し、粒界腐食に対する電解処理効果を評価した。

担当研究実施者	実施場所	実施内容
㈱ケミカル山本	クリエイトセンター	・ヒューイ試験

#### ④ イソシアヌル酸試験

トリクロロイソシアヌル酸に水を加えると次亜塩素酸(HCLO)を生じるので、これを密閉容器にセットし、この中にステンレス製のネジ類を置いてさびにくさの評価をする手法がある。次亜塩素酸は、金属の表面に付着すると、塩酸を生じるのでかなり過酷な試験方法ではあるが、板状の試料やネジに電解処理を施し、電解処理の防錆性(耐塩酸性)について効果を評価した。

担当研究実施者	実施場所	実施内容
㈱ケミカル山本	クリエイトセンター	・イソシアヌル酸試験

#### ⑤ 応力腐食割れ試験

U字曲げ試験では 42%塩化マグネシウム溶液(A 法)、または 30%塩化カルシウム溶液(B 法) に所定時間浸漬後、試験片表面に 生ずる腐食ピットやき裂を観察測定し、ピットやき裂が発生する

までの時間を調べ調べた。

定荷重法では種々の荷重下での破断までの時間をA法とB法により測定し、耐応力腐食割れへの効果を評価した。

更に定荷重下で予めき裂を入れたCT試験片を使って、き裂の進展速度に及ぼす電解処理の効果を調べ、【電解液FB】処理によるき裂の進展抑制効果を評価した。

担当研究実施者	実施場所	実施内容
(株)ケミカル山本	クリエイトセンター	・U字曲げ試験
広島工業大学	機械システム工学科	・定荷重試験

#### ⑥ 屋外曝露試験

電解処理した試験片を沖縄県に設置した曝露試験架台に取り付け、大気腐食に対する防食効果を調査した。

担当研究実施者	実施場所	実 施 内 容
㈱ケミカル山本	沖縄高専	·屋外曝露試験 鋼種:SUS304、316、430、410、 329J4L、 304L、316L

#### ⑦ 硫酸腐食試験

SUS304 2B 材とこれを【電解液 F3】と【電解液 FB】で電解処理した 試料について、ISG0591 準拠して 5%硫酸中に 2 時間浸漬して重量減 を求め、腐食速度を算出し、全面腐食に対する防食効果を評価した。

担当研究実施者	実施場所	実施内容	
(株)ケミカル山本	クリエイトセンター	• 硫酸腐食試験	

#### 3-2-1-3 耐腐食性向上メカニズムの解明

SUS304 2B 材を中心に平成 26 年度高度化した F 配合の【電解液 F1】(交流専用)、【電解液 F3】(交直重畳電流専用)及び平成 27 年度開発の F、 B 配合の【電解液 FB】による電解処理後の孔食試験、孔食電位の測定、応力腐食割れ試験、および不動態皮膜の溶解挙動調査などのデータや電解処理により鋼板の表面に生成した不動態皮膜の成分についての情報に基づき、強固な不動態皮膜の生成に対し、 F や B の関与を解析し、電解処理によりステンレス鋼の耐腐食性が向上するメカニズムにつき検討した。

担当研究実施者	実施場所	実 施 内 容
広島工業大学	機械システム工学科	・孔食電位、不動態皮膜の溶解挙動など、電気化学的測定、評価 に基づく耐腐食性向上メカニズムの検討

3-2-1-4 不動態皮膜中の F や B の分布、金属との結合状態解明 X 線光電子分光分析 (XPS) 装置や飛行時間型二次イオン質量分析 (TOF-SIMS) など最先端の状態分析機器を駆使して、不動態皮膜中 の F や B の分布や結合状態を解析した。

担当研究実施者	実施場所	実施内容
産業技術 総合研究所	先進製造プロセス 研究部門	・未処理材、【電解液 F3】、【電解 液 FB】による電解処理材の分 析、評価

#### 3-2-2 不動態皮膜を形成するプロセス技術の高度化

3-2-2-1 電解処理条件の最適化

電解電圧、電流波形、処理時間の電源器別最適化

【電解液 F1】、【電解液 F3】、【電解液 FB】及び【電解液 FBL】について、電源器 5 機種毎に最適な電解処理条件を検討した。

担当研究実施者	実施場所	実 施 内 容	
㈱ケミカル山本	クリエイトセンター	・電解液4種につき、電源器5器 種毎に最適電解処理条件選定	

#### 3-2-2-2 小物部品の大量処理用通電方式の開発

ネジやワッシャーなどの小物部品を大量処理する方法としてバレル方式を選定し、電極の構造、配置、回転速度などの通電処理条件を検討した。

担当研究実施者	実施場所	実 施 内 容
㈱ケミカル山本	クリエイトセンター	・電極構造、配置等の処理容器の設計、回転速度などのプロセス条件 の検討

#### 3-2-3 不動態皮膜の検査及び評価手法の高度化

3-2-3-1 不動態化度簡易判別装置の信頼性向上

孔食試験との整合性改善のため、特に電解液を中心に測定法の見 直しを実施し、マニュアルを作成した。

担当研究実施者	実施場所	実 施 内 容	
㈱ケミカル山本	クリエイトセンター	・不動態化度測定方法の見直し	

## 3-2-3-2 データ出力機能を付加した装置の試作 川下製造業者のニーズに応えるべく、「パソコンへのデータ取

り出し機能」を付加した装置を試作した。

担当研究実施者	実施場所	実施内容
(株)ケミカル山本	クリエイトセンター	・不動態化度簡易判別装置へのデータ出力機能の付加

## 4 成果及びその効果

- 4-1 ステンレス鋼の不動態皮膜の耐腐食性向上への対応
- 電解液の高度化と新規開発 4-1-1
  - ① フッ素配合の交流専用電解液で、既に商品化している有機中性塩を主要 成分とする "ピカ素 NEO"ブライト ACW" について、フッ化ナトリウムを 始めとする主要成分の配合量を、孔食や着色の発生を目安に詳細に検討 した結果、電解液の高度化が図られた。高度化した電解液は【電解液 F1】 として、各種の試験に供した。
  - ② フッ素配合の交直重畳専用電解液で、既に商品化している無機中性塩を 主要成分とする "ピカ素 NEO#200" についても、同様にして電解液の高 度化が図られた。高度化した電解液は【電解液 F3】として、各種の試験 に供した。
  - ③ フッ素を配合した電解液をベースに、応力腐食割れ防止を狙いにホウ素 を配合した電解液を検討した結果、交直重畳電流で効果を発揮する【電 解液FB】を開発した。

#### 4-1-2 電解液の性能評価

- 4-1-2-1 塩乾湿複合サイクル試験
  - ① 写真 4 に平成 26 年度実施の SUS304 2B 材を【電解液 F1】と【電解液 F3】で処理した試験片の試験結果を、また写真 5 には平成 27 年度実施 の【電解液 FB】で処理した試験片の結果を示す。両者共にさびの発生 が遅く、後述の屋外曝露試験結果ほどの明瞭なさびの抑制効果は認め られなかった。

未処理 【電解液 F1】【電解液 F3】



【電解液 FB】 未処理



写真 4 第 1 回試験結果(SUS304 2B 材) 写真 5 第 2 回試験結果(SUS304 2B 材)

② 写真6及び7に溶接焼け付き試験片の試験結果を示す。電解処理によ り何れもさびの発生が抑制され、【電解液 F1】がやや劣るという結果も 含め、曝露試験結果とほぼ一致している。

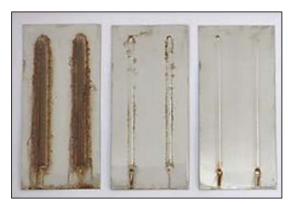


写真 6 第1回試験結果 (SUS304 2B 材 溶接焼け付)



写真 7 第 2 回試験結果 (SUS304 2B 材 溶接焼け付))

#### 4-1-2-2 ヒューイ試験

- ① 試験状況を写真 8 に示す。ヒータ上に置いた 65%硝酸入りの三角フラスコを加熱し、沸騰開始後からの時間を試験時間とした。 腐食量が多いほど、左のフラスコのように色調が濃くなる。
- ② SUS304-2B 鋭敏化材の試験 結果を図 4 に示す。未処理 材の腐食速度 に比較して、 【電解液 F3】及び【電解液 FB】 による電解処理材は腐食速度 が減少し、鋭敏化部の耐腐食 性を改善できるという新たな 効果を把握できた。

溶接部近傍の鋭敏化ゾーン で発生する硫化物起因による



写真8 ヒューイ試験の状況

粒界型応力腐食割れ防止への効果も期待できる。

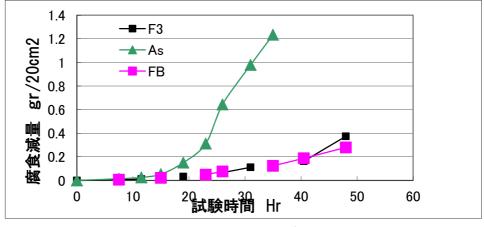


図 4 鋭敏化処理材の腐食速度に及ぼす電解処理の影響

#### 4-1-2-3 イソシアヌル酸試験

① 試験装置の模式図を図 5[(a),(b)]に示す。外容器に穴開き中仕切りを設置し、その下にトリクロロイソシアヌル酸の 0.5%溶液をプレート用では 200cc、ねじ用では 100cc 蓋なし容器に入れて置いた。これにより外容器内は次亜塩素酸が充満した状態となる。

プレート ( $30W \times 70L \times 1t$ ) は SUS304、SUS316、SUS410S(マルテンサイト)、SUS430 の 4 鋼種とし、内容器に設置した穴開き中仕切りの上にセット、ねじ( $M6 \times 30L$ )はガラス皿に 3 本ずつセットし、外容器の蓋を閉めて 2 週間放置した。その後、定期的な目視による観察により発錆状況を比較した。

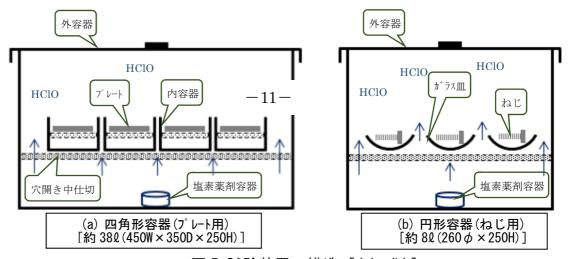


図 5 試験装置の構造 [(a),(b)]

② 試験期間における容器内温度は概ね 10~20°C、湿度は概ね 70~90% の範囲で変化した。プレート材の試験結果を写真 9 に示す。未処理を含めた 3 処理条件についての「腐食率」による比較では、フッ素とホウ素を配合した【電解液 FB】にて、全鋼種において防食効果が認められた。リチウムを配合した【電解液 FBL】は、マルテンサイ系に対してのみ防食効果が認められた。

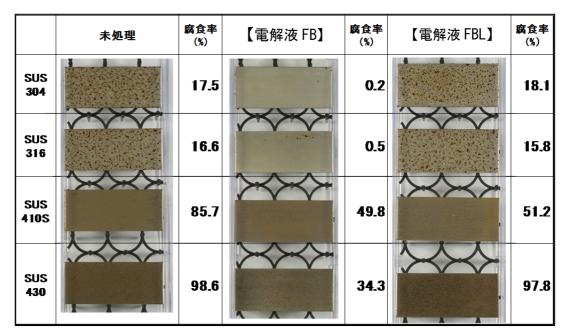


写真 9【電解液 FB】と【電解液 FBL】のイソシアヌル酸試験結果(試験期間 14 日)

③ SUS304 と SUS316 製ボルト材の試験結果を写真 10 に示す。ボルトはねじ切り加工時のストレスで一部フェライト化(磁石に反応する)していたが、【電解液 F3】や【電解液 FB】での電解処理により、防食効果の向上が見られた。

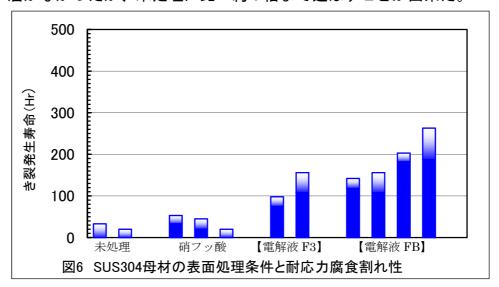


写真10 ボルト材のイソシアヌル酸試験結果(試験期間14日)

#### 4-1-2-4 応力腐食割れ試験(U字曲げ試験)

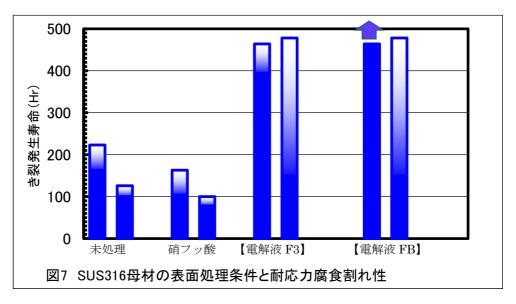
① SUS304 の母材の試験片のき裂発生寿命を図 6 に示す。図中のグラデーションはその間に亀裂が発生した事を示す。SUS304 母材の未処理材では、き裂発生寿命は平均 28 時間。対してフッ素配合の【電解液 F3】で処理した試験片のき裂発生寿命は平均 110 時間。更に【電解液 FB】で

処理したものは平均 170 時間のき裂発生寿命となり、目標の 7 倍には届かなかったが、未処理に比べ約 6 倍まで延ばすことが出来た。

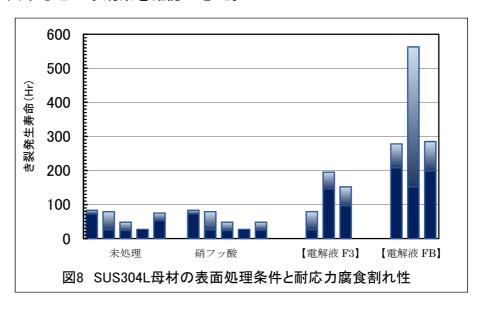


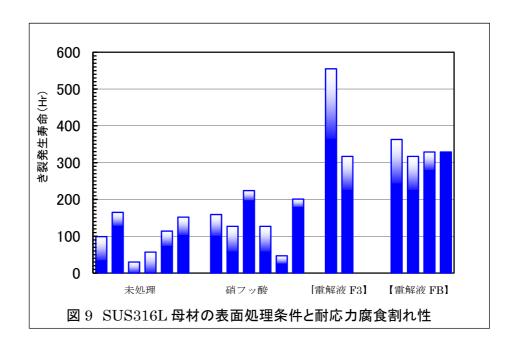
② SUS316 の母材の亀裂発生寿命を、図7に示す。SUS316 母材の平均裂発生寿命は140 時間である。図6において、SUS304 を【電解液FB】で電解処理することにより、き裂発生寿命は170 時間へ延びており、SUS304も電解処理でSUS316 以上に耐応力腐食割れ性を向上させることが出来るという効果を確認できた。

SUS316 母材も【電解液 F3】や【電解液 FB】で電解処理することにより、確実にき裂発生寿命が延びることが明らかである。また SUS316 においても、【電解液 FB】による処理の優位性が認められる。



③ SUS304L 及び SUS316L の母材のき裂発生寿命を図 8、図 9 に示す。 SUS304L 母材のき裂発生寿命は、下位の 2 点を除外して平均 63 時間。 SUS316L 母材では同じく下位 2 点を除外して平均 110 時間。対して SUS304 母材を【電解液 FB】で処理すると平均 170 時間。SUS316 母材を 【電解液 FB】で処理すると平均 390 時間以上となっており、非 L 材も電解処理で低炭素材 (L 材) 以上に耐応力腐食割れ性を向上させることが 出来るという効果を確認できた。





④ 図 10 に JIS A 法で測定した【電解液 FB】で処理前後の SUS304 の応力 ~破断時間結果を示す。試験片はその表面を 2000#のエメリー紙まで順 次乾式研磨を施し、電解処理を行った。143℃の MgCl₂溶液中で、【電解液 FB】で処理した試験片において、150MPa 以下の応力下で未処理材よりやや長い破断破断寿命が得られたが、効果が顕著ではない。測定中

の自然電位をモニタリングしたところ、殆どの試験片の電位は溶液が 143°Cになった直後に約-300mV vs. SSE になっており、皮膜が早期に破壊したと推測できる。従って電解処理の有無に関わらず、破断寿命に差が出なかったものと考えられる。

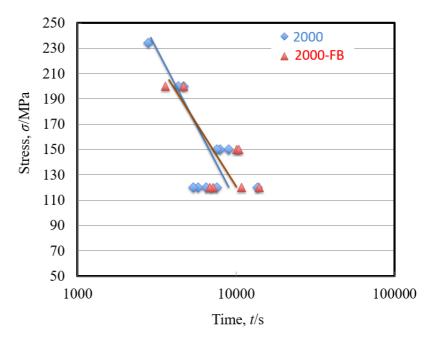


図 10 A 法による定荷重試験結果

⑤ 次に腐食条件が穏やかな B 法(塩化カルシウム法)にて、250MPa 下において破断時間を測定した。結果を図 11 に示す。【電解液 FB】で処理した試験片の破断寿命が未処理より大幅に向上した。これにより、【電解液 FB】で処理して形成される不動態皮膜の高い腐食抵抗性が実証された。

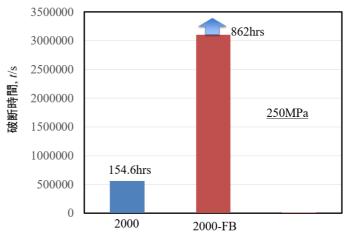


図 11 B法による定荷重(250MPa)試験で得られた破断時間

⑥ き裂の伝播の抑制について、CT 試験の予き裂を入れた試験片において、 【電解液 FB】による電解処理で、き裂の伝播速度が幾分遅くなるケース もあったが、顕著な差は認められなかった。

一方 U 字曲げ試験片にき裂を発生させ、その部分を【電解液 FB】で電解処理したものと未処理のものについて、B 法の試験条件下に置いて、き裂の進展の様子を 500 時間に亘り観察した。その結果を図 12 に示す。初期のき裂長さ  $L_0$ で測定時のき裂長さ  $L_0$ を除して無次元化した数値を縦軸に取っている。 500 時間後未処理のき裂長さは 1.4、電解処理試験片は 1.07 である。 500 時間でき裂長さが 1.4 となる進展速度が 1/3 に下がった時、 500 時間後のき裂長さは 1.13 となるので、 1.07 という数値は、電解処理後 500 時間でのき裂進展速度が 1/3 以下という目標を達成している。

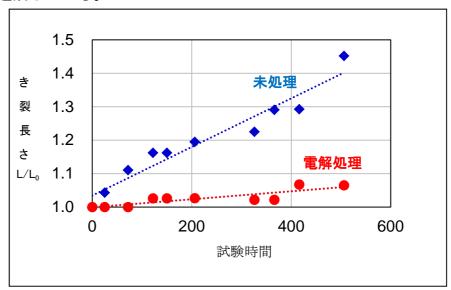


図 12 U字曲げ試験片によるき裂進展速度の測定結果(B法)

#### 4-1-2-5 屋外曝露試験

写真11 に示す曝露試験架台に 試料を取付けて試験を実施した。

防食効果に関する評価は腐食面 積率の比較で行い、各試験片の腐 食面積率は、画像解析ソフトウェ ア(ImageJ, National Institutes of Health) 用いて、画像解析によ り算出した。

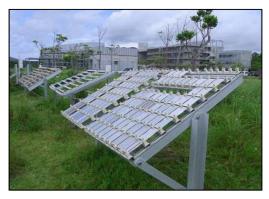


写真 11 屋外曝露試験架台

(文献:小松秀和ら、群馬県立産業技術センター研究報告 pp. 59-62, 2012)

① 第1回試験(平成26年度)、曝露期間12ヶ月のSUS304、316試験片における腐食状況、腐食面積率を写真12に示す。

【電解液 F1】を用いた電解処理は、SUS304 母材において未処理の 4.5 倍、SUS316 の 2.4 倍、溶接部では未処理の 5.8 倍へ防食性能を向上させ、さらに【電解液 F3】を用いた電解処理では、SUS304 母材の 18.5 倍、SUS316 の 9.8 倍、溶接部においては未処理の 12.4 倍へ防食性能を向上させた。電解処理により SUS304 の防食性能(耐候性)が SUS316 以上に向上することが分かった。

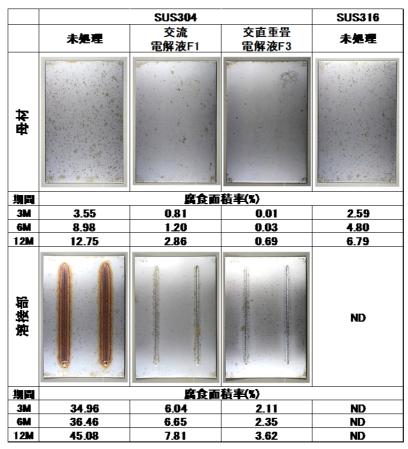


写真 12 第 1 回屋外曝露試験 曝露 12 ヶ月後の試験片外観 (SUS304)

② 第2回試験(平成27年度)では、新たに【電解液FB】で処理した試験 片を加え、また電解処理も不動態皮膜改質用に適正化した条件にて実 施した。写真13に曝露期間6ヶ月時点での各種試験片における腐食状 況と腐食面積率を示す。電解処理条件を適正化したことにより、【電解 液F1】で第1回(前年度)に比べ腐食面積率が著しく改善された。ま た電解処理によりSUS3042B材の防食性能が、200倍のレベルまで向上 することが分かった。

	未是理	交流 電解液F1	交直重畳 電解液F3	交直重畳 電解液FB	
SUS304母村		, va			
可領域	腐食面積率(%)				
第1回	8.98	1.20	0.03	ND	
第2回	7.57	0.04	0.03	0.04	

写真 13 第2回屋外曝露試験 6ヶ月後の試験片外観と腐食面積率(SUS304 2B 材)

③ 写真 14 に SUS316 母材の第 2 回試験、曝露 6 ケ月後の結果を示す。 【電解液 F3】において第 1 回(前年度)に比べ腐食面積率が著しく改善している。SUS316 母材の未処理の腐食面積率に比べ、写真 13 の SUS304 電解処理試験片は全てこれを大幅に上回っており、ここでも SUS304 の 防食性能が電解処理により SUS316 以上に向上することが裏付けられた。

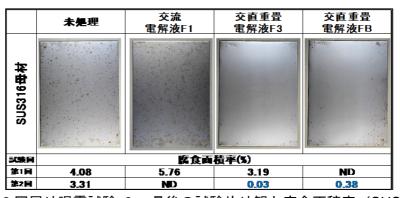


写真 14 第 2 回屋外曝露試験 6 ヶ月後の試験片外観と腐食面積率(SUS316 2B 材)

④ 写真 15 に SUS304 の溶接部付試験片の第 2 回試験、曝露 6 ケ月後の結果を示す。電解処理条件の適正化により第 2 回の腐食面積率が著しく改善された。より腐食し易い溶接部において曝露 6 ケ月時点で腐食面積率がほぼ 0 に抑えられている点は注目に値する。

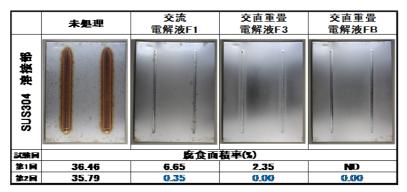


写真 15 第 2 回屋外曝露試験 6 ヶ月後の試験片外観と腐食面積率 (SUS304 溶接部)

#### 4-1-2-6 硫酸腐食試験

- ① SUS304 2B 材 (寸法: 20 x70 x1 mm<sup>t</sup>) の端面を湿式研磨紙で#600 まで研磨し、【電解液 F3】と【電解液 FB】にて電解処理を行った。この試験片を加熱した5%硫酸水溶液1Lに所定の温度で2時間浸漬した後、試験前後の重量減量を算出し、腐食速度を算出した。
- ② 試験結果を図 13 に示す。5%硫酸が沸騰する 100°Cでは、電解処理 したものも、未処理のものも同様に腐食されるが、90°Cまでは電解 処理効果が明確に認められる。【電解液 F3】、【電解液 FB】で処理した 試験片は、90°Cにおいて未処理品の7~9倍程度耐食性が向上している。

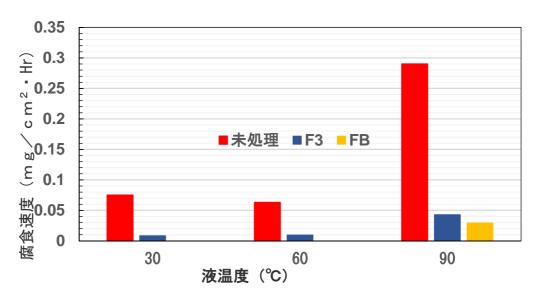


図13 SUS304 2B材の5%硫酸中における耐食性

#### 4-1-3 耐腐食性向上メカニズムの解明

#### 4-1-3-1 孔食試験

① 日本工業規格 JIS G 0578 に規定される酸性塩化第二鉄水溶液中で浸 漬腐食試験を行い、【電解液 F1】、【電解液 F2】(F1 の姉妹品)【電解液

- F3】及び【電解液 FB】で電解処理したステンレス鋼試験片の重量変化から腐食減量(腐食速度)を算出し、表面の腐食様相を観察した。
- ② 図 14 には酸性 FeCl<sub>3</sub> 水溶液中に 24 時間浸漬した時の試験片の電解処理条件別の腐食速度を示した。これらの値はそれぞれ 2~3 回の腐食試験結果の平均値であるが、ばらつきは殆どなく高い再現性が示した。【電解液 FB】で電解処理した 2B 材および 2000 材試験片のいずれも、腐食速度が未処理試験片の 1/3 程度であり、フッ素添加電解液【電解液 F1】、【電解液 F2】(【電解液 F1】の姉妹品)、【電解液 F3】で電解処理した試験片と同様に、高い耐食性を示している。

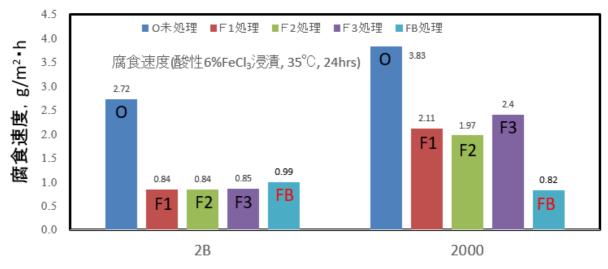


図 14 孔食試験結果から得られた腐食速度

#### 4-1-3-2 孔食電位の測定

- ① ステンレス鋼の耐孔食性は、その表面に形成された不動態皮膜に依存し、それはアノード分極曲線からの孔食電位で評価されている。不動態皮膜が強固で均一かつ緻密であれば、孔食電位が高い。そこで JIS G 0577 に準じた 1M NaCl 水溶液中でポテンショスタットによって【電解液 F1】、【電解液 F2】、【電解液 F3】及び【電解液 FB】で電解処理した試験片の孔食電位を測定し、孔食試験で得られた耐食性向上のメカニズムを考察した。
- ② 図 15 に分極曲線から得られた孔食電位 Ep<sub>0.1</sub>の平均値を示す。これらの値はそれぞれ、3~4 回測定した値の平均であり、ばらつきが殆どなく高い再現性を示した。これによると、2B 材の場合では、未処理表面の孔食電位に比べて【電解液 F1】及び【電解液 F2】による電解処理材の値は殆ど変わらないが、【電解液 F3】及び【電解液 FB】による電解処理の場合にはそれぞれ孔食電位が上昇した。特に、【電解液 F3】の場合は、未処理材の孔食電位より約 28%の上昇となり、設定目標とした孔食電位の 30%向上に近いレベルに到達した。

孔食電位の高い 2B 材や 2000 番研磨材を【電解液 F3】で処理したものと、2B 材を【電解液 FB】で処理した試験片には、強固で均一かつ緻密な皮膜が形成されたことが分かる。ただ孔食試験で良好な結果を示した【電解液 F1】や【電解液 F2】で処理したものの孔食電位が、未処理並みにとどまることに疑問が残った。

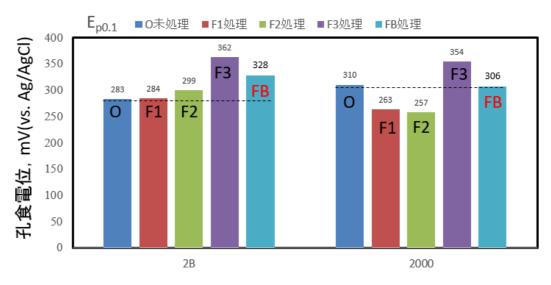


図 15 各種試験片の孔食電位

4-1-3-3 電解処理による耐腐食性及び耐応力腐食割れ性向上のメカニズムフッ素やホウ素入りの中性電解液を用いて SUS304 に交直重畳法で電解処理を施すと、鋼の耐孔食性および耐応力腐食割れ性が大幅に向上できた。このことは、図 16 に示されるように電解処理を行った際に SUS304 の表面に強固で均一かつ緻密で特徴的な不働態皮膜が形成したためと考えられる。ここでは、種々の耐食性測定や観察、不動態皮膜層の元素・形態分析等からの結果に基づき、次のように考察を加えた。

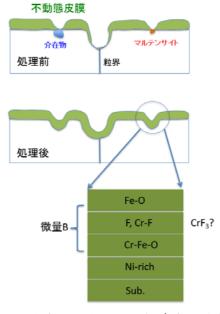


図 16 電解処理による強固で均一かつ緻密な不動態皮膜の生成(模式図)

① 後述の XPS や TOF-SIMS 分析によると、電解処理した鋼の不働態皮膜中にフッ素が検出され、クロムの含有量が未処理鋼より高い。また、フッ素とクロムの濃化部分が重なっているため、皮膜中のフッ素は化学安定性の高いクロムフッ化物として存在する可能性が高い。

不動態皮膜の構造は、最表面から順次に鉄主体の酸化物層/フッ素や クロムフッ化物層/クロムや鉄の酸化物層/ニッケル富化層/基材(母材) になっている。こうした皮膜は、未処理のそれより強固かつ緻密で腐 食抵抗が高い。

② 写真 16 に各種試験片のレーザー顕微鏡による表面観察結果を示す。 いずれの処理でも 2B 材表面の結晶粒界が侵食され、2000 番研磨材の 面には局所溶解が見られ、皮膜の弱体化している部分(介在物、加工 硬化マルテンサイト等)が除去された後、再不働態化が起こり、生成 された皮膜の緻密さが高く、未処理より均一性が向上し、結果として 耐孔食性向上につながると考えられる。

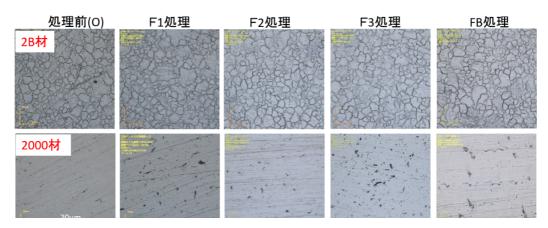


写真 16 F1、F2、F3、FB 電解処理前後の 2B 材および 2000 材の表面 (LM 観察)

- ③ 不動態皮膜中に存在するフッ素(イオン)の電気陰性反発によって Cl<sup>-</sup> の特異吸着が抑制される可能性があり、塩化物イオンによる皮膜の破壊が困難になり、耐孔食性を向上させたと考えられる。
- ④ 透過型電子顕微鏡(TEM)による SUS304 2B 材の結晶粒内の不動態皮膜の断面形態観察によれば、4.1nm 程度の不動態皮膜が【電解液 F3】処理後、3.4nm 程度に薄くなっていることが認められた。一方結晶粒界付近にも膜厚が 3nm や 8.2nm とバラつきが大きい不動態皮膜が形成されているが、【電解液 F3】処理後、2.7nm 程度に均一化されていることが分かった。写真 16 に見られた局所(粒界)溶解後に再不動態化が起こったことを示すもので、薄いながらも緻密な皮膜が形成され、しかも不動態皮膜内にフッ素の侵入やクロムの濃縮が起こり、【電解液 F3】で処理したものが最も高い耐孔食性を示したものと考えられる。

⑤ 一方、TOF-SIMS 分析によって【電解液 FB】で電解処理した試験片に ホウ素原子(B) やホウ酸化物(BO) が微量に検出された。孔食試験や 孔食電位測定結果によって、【電解液 FB】処理で形成された不働態皮膜 が緻密であることが分かっているので、【電解液 FB】処理験片にはフッ 素入りの高クロム皮膜の中にさらに微量なホウ素原子(B) やホウ酸化 物(BO) が皮膜に固溶するか皮膜と複合して緻密性を増した可能性が 考えられる。

こうした緻密性のある皮膜が塩化物イオン環境中に置かれた場合、 皮膜の破壊やその進行を防げるので、応力腐食割れによる SUS304 の破 壊寿命を延ばせたと考えられる。

また、鋭敏化した SUS304 の応力腐食割れ発生の抑制には、溶液中の  $B_4O_7^{2-}$ が有効であると報告されている  $^{1)}$ 。応力腐食割れ試験中に皮膜中のホウ素原子 (B) やホウ酸化物 (B0) から  $B_4O_7^{2-}$ が試験片近傍に生成すれば、【電解液 FB】による処理試験片でのき裂の発生を遅らせて破断寿命が延びた可能性がある。この効果は、JIS A 法でノッチ付 CT 試験片によって検証された。一方、ノッチ先端にき裂が一旦生成すると、き裂伝播への阻止作用が見られない。これは、き裂先端の新生表面近傍にホウ素が少ないためと考えられる。一方、A 法でノッチ先端に疲労予き裂付 CT 試験片に定荷重が加わった場合、【電解液 FB】処理材のき裂伝播速度が幾分遅くなった。これは、【電解液 FB】処理はよってき裂先端付近に形成された不動態皮膜からホウ素が溶液に入り、さらに不動態皮膜に残存したフッ素やホウ素の存在によって生じた効果ではないかと推測される。例えば、文献  $^{1)}$  とは異なる  $B_4O_7^{2-}$ によるき裂伝播への阻止作用が現れたのか、またはホウ素が結晶粒界に集まり粒界すべりが阻止されたのか、などの可能性も考えられる。

\*1) 張 勝寒、柴田 俊夫、春名 匠: "鋭敏化 304 ステンレス鋼の応力腐食割れに対する抑制因子  $(B_aO_7^{2-})$  と加速因子 $(SO_a^{2-})$ の競合"、第 44 回材料と環境討論会講演集、D-301(1997)

- 4-1-4 不動態皮膜中の添加元素の分布と金属との結合状態の解明
- 4-1-4-1 XPS 及び TOF-SIMS による分析結果
  - ① 図 17 は各試料の深さ方向の XPS 分析の結果である。【電解液 F3】及び 【電解液 FB】処理試料では、Fが表面近傍に存在することが分かったが、 ホウ素 (B) は検出されなかった。01s ピークの最大強度が 1/2 となるま でを膜厚と定義すると、未処理は 3.1nm、F3 処理は 3.1nm、FB 処理は 4.1nm であった。

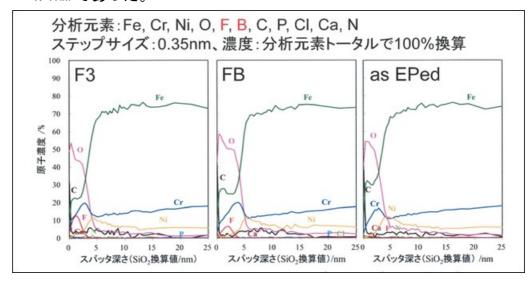


図 17 各試料の深さ方向の XPS 分析

② 図 18 に酸化皮膜 (不動態皮膜) の構造を示す。いずれの試料も最表面から【Fe 主体の酸化物/フッ化物/Cr-Fe-O】となっている。但し未処理の試料のフッ素は、極微量である。

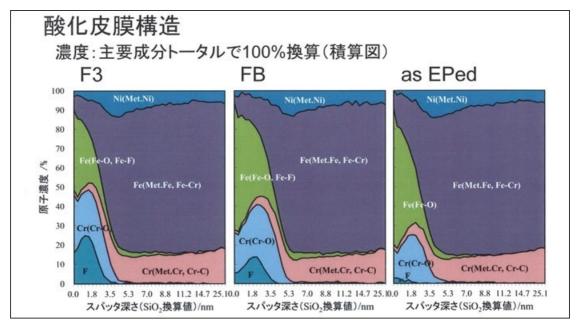


図 18 酸化皮膜(不動態皮膜)の構造

③ 図 19 に皮膜中のクロムとフッ素に注目した濃度分布を示す。フッ素が濃化した部分で Cr (Cr-0) の濃度が高くなっていることが明らかである。【電解液 FB】で処理した試料では厚くて高濃度の Cr-0 が検出されている。

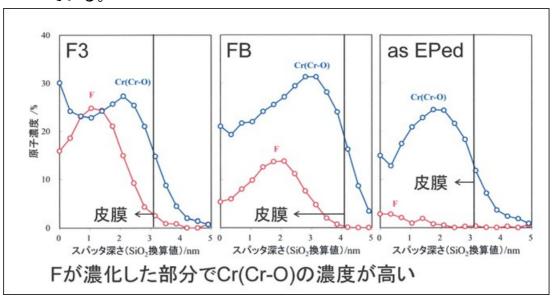


図 19 クロム酸化物層に及ぼすフッ素の影響

④ 図 20 には正イオンで着目イオンの二次イオン強度をトータルイオン 強度で補正したデータを示す。(濃度を表すものではない)。両試料とも、ホウ素(単体)は表面から 2~3nm の深さにかけて検出されたが、【電解液 F3】にはホウ素を配合していないので、F3 処理のデータをバックグラウンドとして FB 処理データと比較すると、表層近傍で FB 処理試料の方がカウント数が多いと見て取れる。皮膜厚さは F3 処理の方が厚いという XPS とは逆の結果となった。

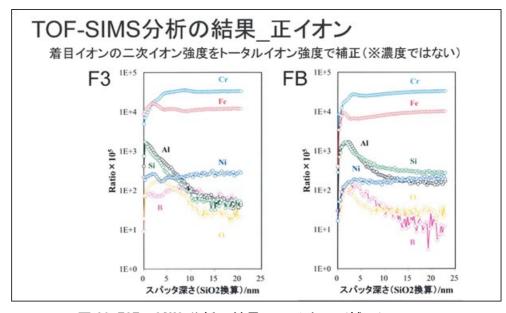


図 20 TOF-SIMS 分析の結果 正イオン (補正)

⑤ 図 21 に負イオンの二次イオン強度を補正したデータを示す。FB 処理 試料で  $F \ge C$  の強度が低下しているので、 $C_2F$  の存在の可能性が高く、結論としてホウ素は表面から皮膜内にかけて単体  $\ge BO$  の形態で存在するが、含有量は微量である。

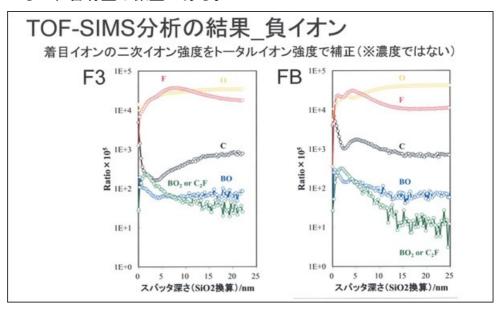


図 21 TOF-SIMS 分析の結果 負イオン(補正)

#### 4-2 不動態皮膜を形成するプロセス技術の高度化

#### 4-2-1 小物部品の大量処理用通電方式の開発

① ネジやワッシャーなどの小物部品は、1 個ずつのハンディー電解処理では 効率が悪く、一括大量処理出来る装置の開発が望まれている。そこでバレ ル式電解処理機を試作し、容器内部の電極構造と通電方式を検討した。

試作機の外観を写真 17 に示す。この試作機を用いて SUS304 製のネジを電解処理し、不動態化度簡易判別装置で測定したところ、ピーク電位は 0.61 V から 0.89 V ヘピーク面積は 7.80 から 16.47 へと不動態化度が改善した。



写真 17 バレル式電解処理試作機の外観(左部分。右の装置は電源器)

- 4-3 不動態皮膜の検査及び評価手法の高度化 4-3-1 データ出力機能を付加した装置の試作
  - ① 被検体と被検体と同一材種で表面を活性化処理した電極との間に形成される電池の起電力(自然発生電位)と維持時間を測定することで(図 22 測定データ例)、ステンレス鋼の不動態皮膜の有無や良否を判別する簡易判別装置"NEW ステンチェッカー"(写真 18)について、測定データを記憶して、データをパソコンへ取り出せる機能を付与した新型装置を試作した。



写真 18 不動態化度簡易判別装置

② 試作品外観を写真 19 に、測定表示画面を写真 20 示す。これにより出力 データをパソコンに取り込んで、データ解析などが可能となった。



写真 19 試作品の外観

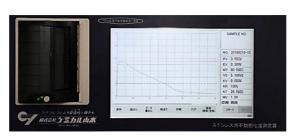


写真 20 測定表示画面

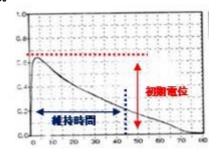


図 22 不動態化度の測定データ

#### 5 事業化展開について

- 5-1 成果が寄与すると想定している3つのビジネスモデル
- 5-1-1 ステンレス溶接関連業界(既存ルート)への販売
  - ① 新報㈱が発行の「ウエルディング MART2016」によれば、「ステンレス溶接焼け取り装置・電解液」の市場規模は、焼け取り装置(電源器)が 7 億 2 千万円、電解液・モップが 9 億 5 千万円である。
  - ② ステンレス鋼表面の不動態皮膜の改質技術(表面改質技術)の効果が、耐孔食、耐応力腐食割れ、および耐候性等に関して証明されたことにより、広く普及して行くと考えられる。その処理面積は線状の焼け取り面積の比ではなく、焼け取り用電解液市場の50%程度の5億円と見込んでいる。

#### 5-1-2 メンテナンス事業

① (公社)日本プラントメンテナンス協会がまとめた「2015 年度メンテナンス実態調査報告書」によれば、2015 年度の我が国の設備の維持・更新投資額は、ステンレス鋼に関連の深い食品、化学、石油・石炭業種だけでも2013 年度とほぼ同一の1兆1千300億円と推定される。この数字の5%で設備の延命が図れるとなれば、維持・更新案件全てで電解式不動態皮膜改質処理が採用頂けると考え、市場規模を600億円と見込んでいる。

#### 5-1-3 ライセンス供与

① ステンレス鋼メーカーに「ステンレス鋼生産プロセスへ電解式不動態皮膜改質技術を組込む」という当社特許をライセンス供与し、一時金と生産開始後のロイヤリティー収入を目論んでいる。

#### 5-2 事業化の見込み

- 5-2-1 ステンレス溶接関連業界(既存ルート)への販売
  - ① 今回高度化した【電解液 F1】、【電解液 F3】及び新規開発の【電解液 FB】は、その効果が十分に証明されているので、当初の計画を前倒しして、平成 28 年度から販売を開始している。これらの電解液による販売増は、平成 29 年度は 5000程度にとどまるものの、平成 32 年度には 25,0000、2 億6 千万円の新規売上げ規模へと急成長すると見込んでいる。
  - ② 本技術は稼働中の設備に発生したさびの除去、孔食や応力腐食割れが発生した部分への補修に適用すると、元の材質よりも高いレベルの耐食性を付与できるため、特に生産現場の設備保全部門を中心に需要が広がるものと考えている。

#### 5-2-2 メンテナンス事業

- ① この事業分野でも当初の計画を前倒しして、新設のR&D事業部を窓口に、 平成28年度からサンプル出荷(テスト施工)と共に販売(工事受託)を 開始した。事業の対象は石化、化学品メーカー及び電力関係の設備が中心 になるものと考えている。
- ② 販売計画として、初期は小規模の受託加工工事(社内及び現地)から始めて、平成29年度2百万円、途中で大手工事会社との提携を実現し、平成32年度には3億6千万円を見込んでいる。石化、化学品メーカー等のメンテナンス事業向けに電解液、電源器の販売を開始する。

#### 5-2-3 ライセンス供与

- ① SUS304 の組成で SUS316 並みの耐食性を持った素材を生産できるステンレス鋼の製造プロセスは、恐らく世界初と思われ、価格面、性能面で優れた差別化技術としてステンレス鋼メーカーに注目頂けると考えている。
- ② 当面既に成立している特許を補強する出願の要否の検討等を含め、平成 30 年度までに出願を完了し、その間にステンレス鋼メーカーとの交渉を進め、平成 31 年度にライセンス供与の実現を目指す計画である。

#### 5-3 事業化に至るまでの遂行方法並びに今後のスケジュール

- ① 生産設備の増強、効率化
  - ・出荷状況を見ながら、平成30年度までに電解液の生産設備の更新と増強を 実施する。
- ② 事業推進体制の構築
  - ・メンテナンス事業推進体制として、平成28年2月にR&D事業本部(本部長: 社長)-R&D事業部を発足させた。同時に表面改質工事の受託を開始した旨の記事をホームページへアップした。
  - ・R&D 事業部は、全国の営業部員と連携して、受託事業の開拓と工事施工、 工事実施パートナーの獲得などを進めている。
- ③ 広報・宣伝活動
  - ・FOOMA JAPAN (食品機械工業会)、プラントメンテナンスショー (日本能率協会)、表面改質展 (日刊工業新聞社) へ出展、PR 中。
  - ・平成28年6月に中小企業基盤整備機構の「J-Good Tech」に会社情報が公開された。ここでも「電解式不動態皮膜改質技術」を紹介している。
  - ・耐腐食性向上メカニズムをはじめとするサポイン研究成果を PR するパンフレット等の作成。
  - ・国土交通省の「NETIS」申請(H28年度)に着手。
  - ・東京都主催の「産業交流展 2016」の広島県ゾーンへ出展予定。 (10 月 31 日~11 月 2 日)【(公財)ひろしま産業振興機構の推薦受け】

## ④ 事業化・量産化スケジュール

	研究開発終了後				
	1 年目	2 年目	3 年目	4 年目	5 年目
	平成 28 年度	平成29年度	平成 30 年度	平成 31 年度	平成 32 年度
メンテナンス事業	試験施工	試験施工	事業施工	事業施工	事業施工
	/事業施工	/事業施工	(販路拡大)	(販路拡大)	(販路拡大)
電解液の販売		500l	3, 000l	6, 000l	25, 000l
			(設備更新・増強)		
不動態皮膜					
検査装置販売					
ライセンス事業			特許出願	ライセンス供与	

## 6 知的財産権等

- ① 知的財産権の出願及び取得はないが、ライセンス供与に関連し、平成30年度に出願の可能性がある。
- ② 論文は㈱ケミカル山本、広島工業大学及び産業技術総合研究所の連名で、「日本金属学会」へ投稿予定である(平成29年3月)。