

平成20年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「高耐久性浸炭部材の量産を可能とする浸炭複合加工プロセスの開発」

研究開発成果等報告書

平成21年 8月

委託者 中国経済産業局

委託先 合同会社プラズマ熱処理センター

目次

第1章 研究開発の概要	3
1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標	4
1-1-1 背景	4
1-1-2 目的	5
1-1-3 目標	5
1-2 研究体制	6
1-2-1 事業管理者	6
1-2-2 再委託先	6
1-2-3 アドバイザー	6
1-2-4 開発担当者一覧表	7
1-3 成果概要	8
1-4 当該研究開発の連絡窓口	8
第2章 本論	9
2-1 浸炭プロセスの高度化技術の開発	9
2-2 硬質皮膜コーティング技術の開発	12
2-2-1 高摺動性炭素皮膜製造技術の開発	12
2-2-2 高密着性炭素皮膜製造技術の開発	14
2-3 浸炭複合加工装置の開発	16
2-3-1 概要	16
2-3-2 要素装置	16
2-3-3 制御プログラム	18
2-3-4 浸炭複合加工装置の外観	19
2-4 浸炭複合加工装置を利用した自動車駆動系部品の開発	20
2-4-1 浸炭複合加工プロセスの強度特性評価	20
2-4-2 駆動系部品の DLC コーティング	22
最終章 全体総括	24

第1章 研究開発の概要

近年、エンジンの高性能化や燃費改善をするために、自動車動力伝達部品の小型軽量化が求められている。その中で歯車等の駆動系部品に対しては衝撃疲労強度、疲労強度及び耐ピッチング性・耐摩耗性の向上が急務とされている。

本研究開発では、熱処理とコーティングの統合による複合加工技術を開発することにより、駆動系部品の高強度化を実現することを目的とした。

熱処理技術として、高濃度浸炭の開発を行った。まず、炭化物の微細析出に適した材料を開発した。この開発鋼に真空及びプラズマプロセスを用いた浸炭処理を試み、その特性を評価することで最適な条件を絞り込んだ。浸炭処理に一般的に利用されるプロパンガスはスーティング・ターリング等の課題を抱えることから、防止技術に必要なプロセスガスを排気ガスの質量分析結果から選定し、メタンガス等を利用した条件の構築を行った。微細炭化物が析出する条件を駆動系部品へ適用し、品質調査を行った。

コーティングについては、低フリクション化に寄与する高密着性の炭素皮膜の開発を行った。原料ガスの種類や添加方法、プラズマ電圧の出力、印加方法など、膜質に影響を与える可能性の高い因子に注力した設定を行い、低フリクション化に重点をおいた条件を見出すことを目標とした。一方、密着性に関しては下地処理の有無が密着性能に与える効果を、まず共析浸炭を対象として行い、続いて高濃度浸炭へ適用した。これらの結果を量産レベルで行うための硬質皮膜コーティング装置を試作し、さらに低フリクション化に寄与する高密着性の炭素皮膜の開発を目指した。その結果、コーティング温度 250℃以上で得られた DLC 膜の油潤滑下の摩擦係数が、新規導入した Ball on disk 式摩擦摩耗試験で 0.08 を下回った。しかし、処理温度による軟化が懸念されるため、高濃度浸炭焼入れ焼戻し温度域でのコーティング条件を模索した。その他に、膜本来の特性を把握するため、表面形態や面粗度の異なる熱処理材を下地とする DLC 膜の摺動特性を整理し、また、DLC 膜の密着性について、上記と並行して、ロックウェル圧痕押込み試験や、スクラッチ試験、摺動試験後の皮膜摩耗の有無を観察しながら、皮膜密着性の向上を図った。

これら要素技術を真空中で統合した浸炭複合加工プロセスによる高強度化を図るための装置開発を行った。まず全体の概要設計を行い、要素装置として必要となるプラズマ電源、ガス供給装置、主制御盤及び硬質皮膜コーティング装置を試作した。また、多室型プラズマ熱処理装置での高濃度浸炭技術と、硬質皮膜コーティング装置での硬質皮膜コーティング技術の制御システムを構築し、それらを制御するプログラムを開発した。さらに、多室型プラズマ熱処理装置と硬質皮膜コーティング装置を統合するための接続ゲートを試作し、浸炭複合加工装置を完成させた。

この装置及び技術を自動車駆動系部品に適用させるために、DLC 膜の有効性、強度試験等についての調査を行い、適用部品の探索・絞り込みを行った。その結果を基に、模擬部品へ高濃度浸炭及び炭素皮膜を適用し、部品に合致したプラズマ条件の設定が重要であることを明らかにした後、ローラーピッチング試験及び 4 曲げ疲労試験による強度評価を行った。そして、最終ターゲットとなった駆動系部品へ浸炭複合加工プロセスを適用した。

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

1-1-1 背景

近年、エンジンの高性能化や燃費改善をするために、自動車動力伝達部品の小型軽量化が求められている。その中で歯車等の駆動系部品に対しては衝撃疲労強度、疲労強度及び耐ピッチング性・耐摩耗性の向上が急務とされている。

現状、このような高強度化を目的としてガス浸炭処理が多用されているが、浸炭処理品表面での酸化および軟化組織からなる異常層の生成による疲労強度の低下が問題とされている。また、処理過程において常圧下で浸炭ガスを常時流し続けることからガス効率が悪く（6～8%）、二酸化炭素の排出量も多いことから環境負荷が非常に大きく、省資源・省エネルギーおよび環境調和の点からも課題を抱えている。

このような問題を解決する方法として低圧・高温雰囲気下での真空浸炭処理を利用した高濃度浸炭が期待されている。高濃度浸炭処理は材料表面近傍に微細な球状炭化物を分散析出させることによって、通常よりも高硬度な浸炭層が得られ、疲労強度や耐ピッチング・耐摩耗性の向上が可能となる。また、高温時の焼戻し軟化抵抗にも優れていることから、高負荷時の発熱を原因とする強度低下を防ぎ、疲労強度のさらなる向上が期待できる。

しかし、真空浸炭処理を利用した高濃度浸炭は、輻射熱のみを熱源とするため昇温に長時間を必要とし、また、浸炭温度で熱分解した浸炭ガスのみを炭素源としているため表面炭素濃度が不足する。また、複雑形状部品に対しては、製品全体に浸炭ガスを行き渡らせるために過剰な浸炭ガスの供給が必要で、この過剰供給によってスーティング及びターリングが引き起こされる等の実用化のための課題が指摘されている。スーティングに関しては浸炭ガスにアセチレンを利用することによって軽減されつつあるが、アセチレンガスの使用による防炭処理の煩雑さ、コスト等の課題が残されていると共に、処理時間の短縮化が期待されているほど実現できていないのが現状である。

一方、耐摩耗性向上と低摩擦化による耐ピッチング性向上を目的として炭素皮膜コーティングが期待されている。炭素皮膜は、硬質でありながら摩擦係数や相手攻撃性が低く、様々な摺動部材への適用が試みられている。実用化のための課題は炭素皮膜の密着性向上であり、材料と炭素皮膜の間に Si や SiC、Cr 等の中間層を形成することで、密着性の向上を図る取り組みが行われている。しかしながら、浸炭処理後に別工程として PVD や CVD といった専用装置でコーティング処理をすることからトータルコストが高くなるため、駆動系部品への炭素皮膜コーティングは適用されていないのが現状である。

これ等の課題を克服するために改良技術の開発が進められているが、各々の単一技術では技術的な改良に限界が見え始めている。

1-1-2 目的

本研究開発では、熱処理とコーティングの統合による複合加工技術を開発することにより、駆動系部品の高強度化を実現する。具体的には、プラズマを効果的に印加した真空浸炭処理により、表面に高濃度浸炭層を形成する高硬度化と、炭素皮膜との密着性を向上する微細炭化物の表面析出を行い、連続して高濃度浸炭部材表面に炭素皮膜をコーティングするプロセス技術を開発する。

1-1-3 目標

1. 浸炭プロセスの高度化技術の開発

1) 高濃度・高速浸炭処理技術の開発

- ・駆動系歯車の一般的な有効硬化層深さ 0.9mm (513HV 以上) を満たす浸炭処理時間を、ガス浸炭処理と比較して 40%短縮する。

2) スーティング、ターリング防止技術の開発

- ・都市ガス等の利用によりスーティング、ターリングを防止する技術を開発する。

2. 硬質皮膜コーティング技術の開発

1) 高摺動性炭素皮膜製造技術の開発

- ・摩擦係数 $\mu \leq 0.1$ とする。

2) 高密着性炭素皮膜製造技術の開発

- ・ロックウェル硬さ試験 (HRC) で剥離無し。

3. 浸炭複合加工装置の開発

1) 浸炭複合加工装置の設計試作開発

- ・プラズマを利用し、浸炭時間の短縮、表面濃度ムラ、ターリングなどの課題の改善を行う。
- ・浸炭処理後、連続的に 150～200℃での硬質皮膜コーティング処理を可能とする。
- ・浸炭ガスについてプロパンガスなどの石油系ガスから都市ガス (約 80%が LNG) への転換を可能とする。
- ・装置メンテナンスの簡略化を可能とする。
- ・原料ガス、排出ガスの減少、後工程の省略などにより環境に優しいプロセスを可能とする。

4. 浸炭複合加工装置を利用した自動車駆動系部品の開発

1) 自動車駆動系部品の試作ならびに量産試験

- ・現行品 (鍛造品ガス浸炭処理) の疲労強度を入力トルクで 30%アップする。

1－2 研究体制

1－2－1 事業管理者

合同会社プラズマ熱処理センター（最寄り駅 JR山陰本線 松江駅）
〒690-0816 島根県松江市北陵町1番地1 テクノアークしまね北館

1－2－2 再委託先

パーカー熱処理工業株式会社（最寄り駅 京浜急行大師線 小島新田駅）
〒210-0822 神奈川県川崎市川崎区田町3丁目13番10号

株式会社中日本炉（最寄り駅 JR山陰本線 松江駅）
〒690-0816 島根県松江市北陵町1番地1

中日本炉工業株式会社（最寄り駅 名鉄津島線 木田駅）
〒490-1203 愛知県海部郡美和町木折字八畝割8

日本パーカライジング株式会社 総合技術研究所（最寄り駅 JR東海道本線 平塚駅）
〒254-0012 神奈川県平塚市大神2784番地

日産自動車株式会社（最寄り駅 JR京浜東北線 新子安駅）
〒230-0053 神奈川県横浜市鶴見区大黒町6番1号

島根県産業技術センター（最寄り駅 JR山陰本線 松江駅）
〒690-0816 島根県松江市北陵町1番地

国立大学法人島根大学（最寄り駅 JR山陰本線 松江駅）
〒690-8504 島根県松江市西川津町1060

公立大学法人大阪府立大学（最寄り駅 JR南海高野線 白鷺駅）
〒599-8531 大阪府堺市中区学園町1番1号

1－2－3 アドバイザー

国立大学法人東京工業大学大学院 総合理工学研究科 材料物理科学専攻
教授 三島良直
〒226-8502 神奈川県横浜市緑区長津田町4259番地

宮城工業高等専門学校 材料工学科 教授 渡邊陽一
〒981-1239 宮城県名取市愛島塩手字野田山48

1－2－4 開発担当者一覧表

管理員

- ・伊藤明男 合同会社プラズマ熱処理センター 総務経理事業部 部長
- ・三島球子 合同会社プラズマ熱処理センター 総務経理事業部 担当

研究員

- ・川口純 合同会社プラズマ熱処理センター
代表社員 日本パーカライジング株式会社 職務執行者
- ・鈴木寿直 合同会社プラズマ熱処理センター 研究事業部 研究員
- ・作田英久 合同会社プラズマ熱処理センター 研究事業部 研究員
- ・横尾晃央 合同会社プラズマ熱処理センター 研究事業部 研究員
- ・青木智幸 パーカー熱処理工業株式会社 取締役技術本部長
- ・星野新一 パーカー熱処理工業株式会社 技術本部 技術研究所 所長
- ・菅原基拓 パーカー熱処理工業株式会社 設計部 設計担当
- ・柴田剛 株式会社中日本炉 研究開発部主任
- ・中村和夫 中日本炉工業株式会社 設計技術部 設計部長
- ・堀田秀雄 中日本炉工業株式会社 設計技術部 設計担当
- ・守屋悟 日産自動車株式会社 パワートレイン生産技術本部
パワートレイン技術開発試作部 工法開発グループ 主担
- ・山本啓介 日産自動車株式会社 パワートレイン生産技術本部
パワートレイン技術開発試作部 工法開発グループ
- ・森和彦 日本パーカライジング株式会社 技術本部 総合技術研究所
表面技術研究センター センター長
- ・金山信幸 島根県産業技術センター プラズマ利用技術開発プロジェクト コーディネーター
- ・細谷達夫 島根県産業技術センター プラズマ利用技術開発プロジェクトチーム 専門研究員
- ・朝比奈秀一 島根県産業技術センター プラズマ利用技術開発プロジェクトチーム 専門研究員
- ・植田優 島根県産業技術センター プラズマ利用技術開発プロジェクトチーム 主任研究員
- ・津田大 公立大学法人大阪府立大学 工学部 マテリアル工学科
機能材料物性研究グループ 准教授
- ・北原邦紀 国立大学法人島根大学 総合理工学部 電子制御システム工学科 教授

1－3 成果概要

本研究では、熱処理とコーティングの統合による複合加工技術を開発することにより、駆動系部品の高強度化を実現することを目的に開発を行った。その結果をまとめる。

浸炭プロセスの高度化技術として、自動車駆動系部品の高強度化に向けた処理条件の最適化とメタンガス等による高濃度浸炭技術の構築を行い、これを駆動系部品に対して適用した。得られた組織は軟化抵抗に優れており、ローラーピッチング試験において大幅に寿命が向上した。浸炭処理の高速化を図った結果、開発鋼と高温処理を組み合わせることで、従来のガス浸炭処理と比較して大幅な浸炭処理時間の短縮を実現した。

コーティングプロセスの開発では、高濃度浸炭焼入れ材の表面に、直接 DLC コーティングすることが焼戻し温度以下で可能となった。摩擦係数に関しては、コーティング材料の表面形態が大きく影響することが明らかになり、摺動性能の向上に寄与する DLC 膜が開発できた。密着性については、摺動時の皮膜密着性の評価結果を最優先して、密着性の向上に繋がるコーティング方法を検討した結果、高濃度浸炭焼入れ材に直接コーティングしてもある程度の皮膜密着性が確保できるようになった。

これら要素技術を統合した浸炭複合加工プロセスを可能にする浸炭複合加工装置を試作した。各要素技術開発と連動し、装置の試作、制御システム・プログラム開発を行ない、浸炭複合加工装置が完成した。

浸炭複合加工プロセスのピッチング強度と歯元曲げ疲労強度に対する影響を調査した結果、現行共析ガス浸炭品と比較して、ピッチング強度が 8 倍以上、歯元曲げ疲労強度が約 45% 向上した。

1－4 当該研究開発の連絡窓口

パーカー熱処理工業株式会社 技術本部技術研究所 横尾晃央
Tel044-276-1583 Fax044-276-1416 ayokoo@pnk.co.jp

第2章 本論

2-1 浸炭プロセスの高度化技術の開発

浸炭プロセスとは、金属の表面に炭素を浸入させ硬化させる処理であり、金属表面の耐摩耗性と内部の靱性を高めることや、疲労破壊に対する強度を高めることを目的とした表面硬化処理の一つである。このプロセスは自動車を始めとした輸送機器分野において高負荷のかかる部品で多く適用されており、部品の高寿命化に不可欠なプロセスである。

このプロセスを利用して、表面に炭化物を積極的に析出させることによって耐摩耗性、耐ピッチング性、疲労特性を向上させることが報告されている。プラズマを印加した真空浸炭プロセスでは、プラズマ印加の効果によって表面を瞬時に高炭素濃度化でき、極微量の浸炭性ガスのみで浸炭処理を行えることから、効率よく高濃度浸炭を行なうことが可能である。

本開発では、プラズマを印加した真空浸炭プロセスによって現行ガス浸炭より浸炭処理時間を短縮することを目指した。また、スケーリング等を防止できる浸炭技術としてメタンガスによる高濃度浸炭技術の基礎構築を行った。

メタンガスは都市ガスの成分の内、約 90%を占める。処理温度ではプラズマ印加した部材表面でのみ浸炭が進行するため、炉内雰囲気的清浄化を保つことが可能になる。

まず、炭素濃度 0.8%と有効硬化層深さ 0.9mm を狙いとした、プラズマ浸炭と量産などに用いられる一般的なガス浸炭の処理時間を比較検討した。熱処理パターンを図 1.1 に示す。

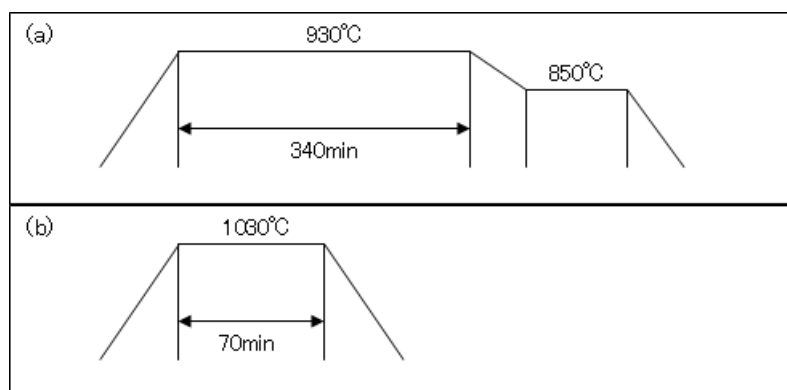


図 1.1 熱処理パターン (a) ガス浸炭 (b) プラズマ浸炭

浸炭処理の結果、プラズマ浸炭はガス浸炭と比較して浸炭処理時間を 79%短縮できた。この結果は、カーボンポテンシャルと炉体構造の点から時間短縮に繋がったと考えられる。

ガス浸炭は浸炭初期に 1.0~1.2%のカーボンポテンシャルに調整した雰囲気ガスを用いて炭素の移動能力を大きくさせ、最終的にカーボンポテンシャルを調整する方法を用いて高速化を目指している。この方法は、初期から目的の炭素濃度に調整した雰囲気で行うより効率がよい。一方、プラズマ浸炭はプラズマによって浸炭性ガスの分解を促進させていることから、短時間で試料の表面は炭素固溶限に達する。

炉体構造の点では、ガス浸炭は炉体がホットウォール構造であるため高温処理を試みた場合、炉壁放熱による設置環境温度上昇を引き起こして工作機械への悪影響が生じることから、1000°C以下でのみ操業可能である。一方、プラズマ浸炭は炉体全体を水冷できるコールドウォール構造であるため、高温対応の浸炭用鋼と組み合わせることで高温処理が可能となった。

これら 2 つのことから、試料表面が短時間で炭素固溶限に達し、さらに処理温度に比例する炭素の拡散速度が大幅に増加したため、大幅な処理時間短縮に繋がった。

処理時間の短縮を可能としたプラズマを印加した真空浸炭を利用して、処理温度 1030℃、炉内圧力 550Pa、プラズマ電流密度 $0.4\sim0.5\text{mA/cm}^2$ の一次浸炭条件で作製した、高濃度浸炭用鋼 (SCr420 鋼をベースに Cr、Si 等を添加した鋼種で以下、開発鋼という) への高濃度浸炭の光学顕微鏡組織を図 1.2 に示す。表面から内部に向かって球状炭化物の析出が確認できる。表面に近いほど炭化物は密になっており、内部へ向かうに従い炭化物の析出量は減少している。一部、球状炭化物同士の接触により長細くなっている炭化物も見られるが、粒界に沿って成長した網状炭化物はない。また、真空中の処理であることから最表面に表面異常層と呼ばれる組織は確認されず、炭化物が最表面に突出している様子がわかる。

さらに炭化物の析出を細かく観察するために、表面から $10\mu\text{m}$ 深さの位置の断面組織を SEM で観察した (図 1.3)。粒界を中心に最大で直径 $3\mu\text{m}$ の炭化物の析出が確認でき、粒内ではサブミクロンオーダーの球状炭化物が無数析出していることが確認できる。

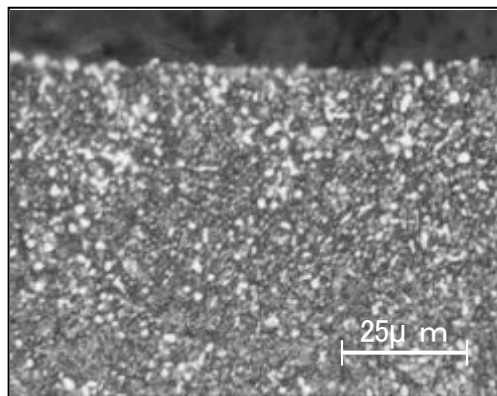


図 1.2 光学顕微鏡組織

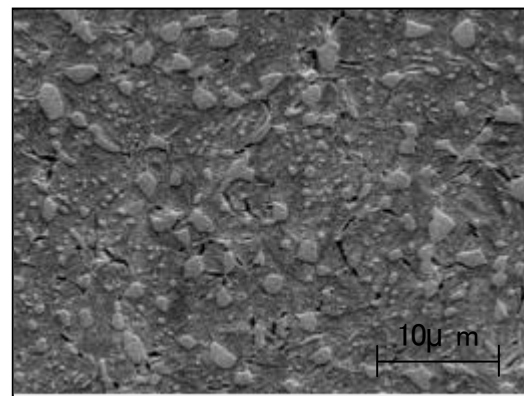


図 1.3 断面 SEM 画像

炭化物の析出状況を炭素濃度から把握するために、試料表面から内部に向けて炭素濃度の変化を EPMA で測定した。結果を図 1.4 に示す。最表面の炭素濃度が大きく振れているが、値を平均化すると約 2.0% 程度である。炭素濃度の値が深さ方向に対して 0.3mm 程度まで大きく変化している。この深さは光学顕微鏡組織で確認できる炭化物の析出深さとほぼ同じであることから、値の振れは炭化物の存在を示している。表面に近いところほど値の振れる頻度が大きく、濃度勾配も大きいことから、光学顕微鏡組織で観察される表面に近いほど炭化物が密となっていることと一致する。炭化物が析出していない領域に差し掛かったところの炭素濃度が 0.75% 前後であることから高濃度浸炭組織と浸炭組織の境目はほぼ共析浸炭であることがわかる。炭素濃度は傾斜型に緩やかに減少しており、浸炭による炭素の固溶が 1.4mm 深さまで生じていることがわかる。

高濃度浸炭組織の断面硬度分布は図 1.5 の分布になった。表面から $50\mu\text{m}$ の位置では 869HV となり、炭化物の析出によって高硬度になったことが確認できる。800HV 以上の硬度が 0.4mm まで続いていることから、先ほどの炭素濃度分布と合わせても炭化物析出領域で高硬度になっていることがわかる。有効硬化層深さは 1.15mm であった。

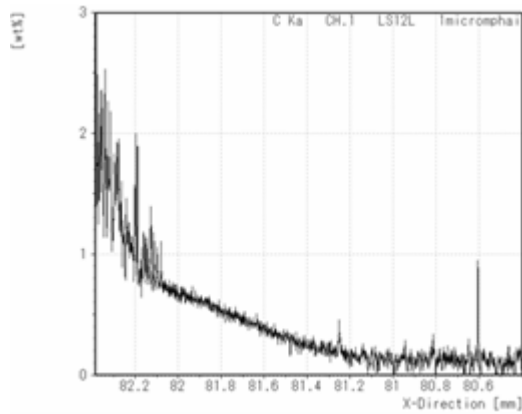


図 1.4 EPMA 測定結果

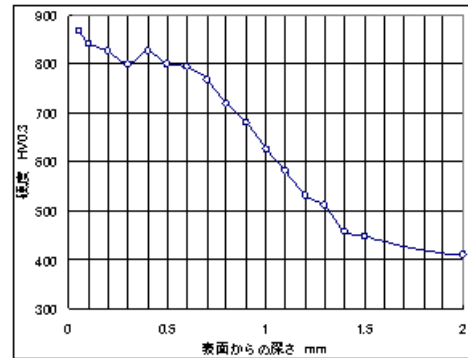


図 1.5 断面硬度分布

焼戻し軟化抵抗を測定した結果を図 1.6 に示す。各処理での焼戻し時間は 90 分で統一している。通常の焼戻し温度域では共析浸炭、高濃度浸炭共に HRC63 強であったのに対し、焼戻し温度が高くなるにつれて硬度差は大きくなった。ピッチング強度に相関があるといわれる 300℃の焼戻しでは高濃度浸炭が HRC60.6、共析浸炭が HRC58.2 と HRC で 2.4 の差が生じた。

焼戻し温度の上昇に伴ってマルテンサイト内に固溶している炭素が排出されることで、低炭素マルテンサイトと ϵ 炭化鉄とになって軟化している。高濃度浸炭組織では球状炭化物の融点が非常に高く 300℃の加熱では軟化しないため高硬度を保つことができ、ピッチング強度の向上が示唆される。

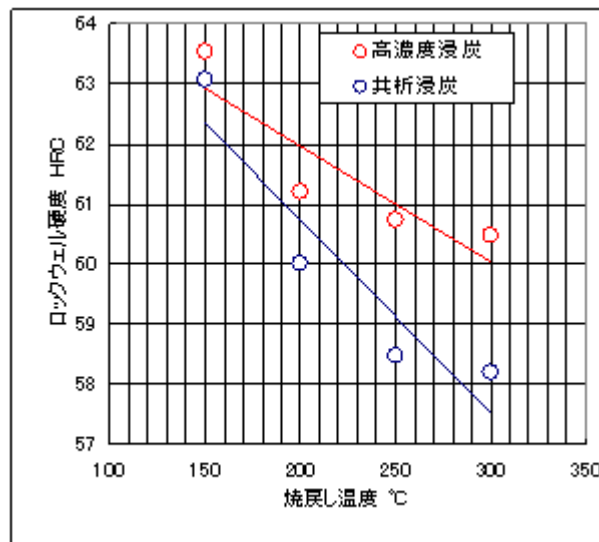


図 1.6 焼戻し軟化抵抗

以上、浸炭プロセスの高度化技術の開発についてまとめる。

- 1) 開発鋼と高温処理を組み合わせることで、従来のガス浸炭処理と比較して 79%の浸炭処理時間の短縮を実現した。
- 2) メタンガスを用いた高濃度浸炭を行った結果、表面炭素濃度が約 2.0%であり、炭化物が 0.3mm 深さまで析出した、有効硬化層深さ 1.15mm の高濃度浸炭組織が得られた。

2-2 硬質皮膜コーティング技術の開発

2-2-1 高摺動性炭素皮膜製造技術の開発

DLC 膜に期待される性能としては、耐摩耗性とフリクション低減が挙げられる。耐摩耗性は高い膜硬度で説明できるが、フリクション低減については様々な報告がなされている。例えば、水素含有量が少ないほどオイル潤滑下のフリクション低減効果が高いなどの報告から、グラファイトを原料とした AIP 法による水素フリー DLC 膜が注目を集めている。我々はプラズマ CVD 法による DLC コーティングを検討しているが、原料ガスに炭化水素系ガスを使用することから、膜中に水素が取り込まれてしまう。上述した報告が事実ならば、CVD 法による水素含有量の多い DLC 膜はオイル潤滑下でフリクション低減効果が期待できないことになる。しかしながら、膜中水素の有無によるフリクション低減のメカニズムまでは詳細に報告された事例は無く、オイル潤滑下の摺動性能が膜中の水素に支配されていると結論付けられてはいない。本報では、高濃度浸炭焼入れ材の焼戻し温度以下でプラズマ CVD 法による水素含有 DLC 膜を開発すると共に、膜本来のフリクション低減能力を把握する目的で、表面形態の異なる熱処理材に DLC コーティングして、オイル潤滑下のフリクション低減効果の高い適用方法について検証した。

図 2.1 に Ball on disk 試験時の平均摩擦係数を示す。各熱処理品(高濃度浸炭品、共析浸炭品、窒化品)の摩擦係数は、いずれも表面研磨により低減されており、表面粗度が摩擦係数に影響を与えることが確認できる。

次いで、未研磨の熱処理品に DLC コーティングした場合であるが、コーティングの有無による摩擦係数の大きな違いは認められない。しかし、表面研磨した熱処理品にコーティングすると、摩擦係数が著しく低減されている。

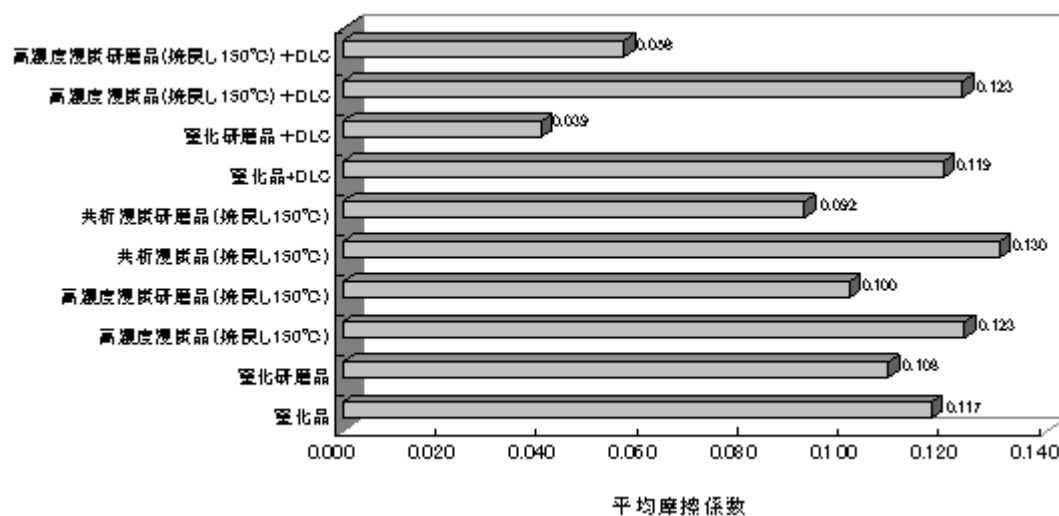


図 2.1 Ball on disk 試験時の平均摩擦係数

図 2.2 には、Ball on disk 試験後の摺動面の観察結果を示す。未コーティングの熱処理品と摺動した相手材の摩耗量は、表面研磨により相手材の摩耗が抑制されている。

熱処理品、及び熱処理研磨品に DLC コーティングすると、未コーティングの場合と比較して相手材の摩耗量が増加している。1600~1800Hv の DLC 膜により 900Hv 程度の SUJ2 が一方的に摩耗したものと考えられる。ただ Ball 摩耗面は真円に近く、きれいに研磨されている印象を受ける。

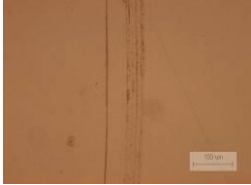
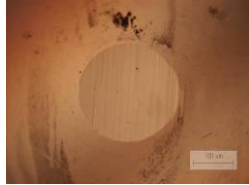
		未コーティング		炭素皮膜コーティング	
		Disk	Ball(相手材)	Disk	Ball(相手材)
高濃度浸炭	未研磨				
	研磨				

図 2.2 Ball on disk 試験後の摺動面の観察結果

図 2.3 に Ball on disk 試験後の Disk 外観写真を示す。図 2.3(a)の高濃度浸炭研磨品に直接 DLC 膜をコーティングした水準と、図 2.3(c)の WPC 処理された高濃度浸炭研磨品に DLC コーティングした水準は、Ball on disk 試験による DLC 膜の剥離または摩耗が認められる。これに対して、図 2.3(b)の Cr 膜をコーティングした高濃度浸炭研磨品上の DLC 膜は、Ball on disk 試験後も剥離や摩耗は認められておらず、DLC コーティングの前処理方法によって皮膜密着性が異なることが確認できる。



(a)研磨+DLC

(b)研磨+Cr+DLC

(c)研磨+WPC+DLC

図 2.3 Ball on disk 試験後の Disk 外観写真

次いで、図 2.4 と図 2.5 に、それぞれ Ball on disk 試験後の Disk 摺動面と、Ball 摺動面の観察結果を示す。図 2.4 は図 2.3 と同様の結果であり、図 2.4(a)高濃度浸炭研磨品と図 2.5(c)WPC 処理された高濃度浸炭研磨品の Disk 摺動面からは、DLC 膜の剥離、摩耗が顕著に認められ、図 2.4(b)Cr 膜をコーティングした高濃度浸炭研磨品の Disk 摺動面だけ DLC 膜の剥離、摩耗は認められない。Ball 摺動面の摩耗状態としては、図 2.5(a)と(c)の Ball 摩耗量が多く、図 2.5(b)の摩耗が比較的に少ない。DLC 膜の剥離、摩耗の有無が相手材の摩耗にも影響を及ぼしているものと考えられる。



図 2.4 Ball on disk 試験後の Disk 摺動面

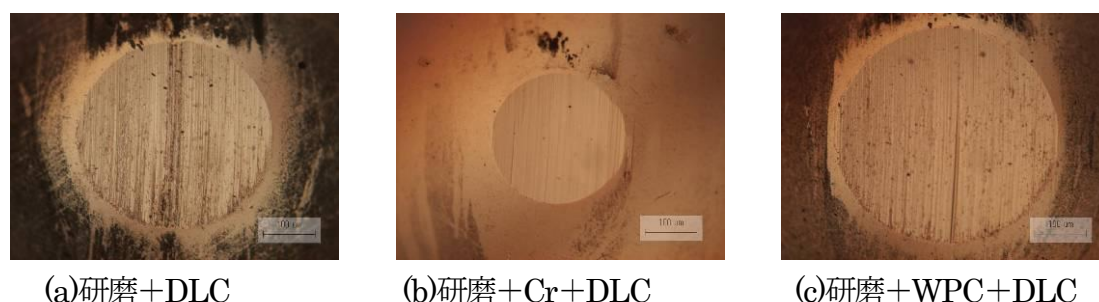


図 2.5 Ball on disk 試験後の Ball 摺動面

図 2.5 に Ball on disk 試験時の平均摩擦係数を示す。高濃度浸炭研磨品と WPC 処理された高濃度浸炭研磨品に DLC コーティングしても摺動時の摩擦係数は約 0.12 であるのに対して、Cr 膜をコーティングした高濃度浸炭研磨品に DLC 膜をコーティングした水準は摩擦係数が 0.056 まで低下している。以上の結果から、DLC 膜の優れたフリクション低減効果を発揮させるには、コーティングする熱処理材表面の平滑性と、DLC 膜の密着性が重要と考えられる。

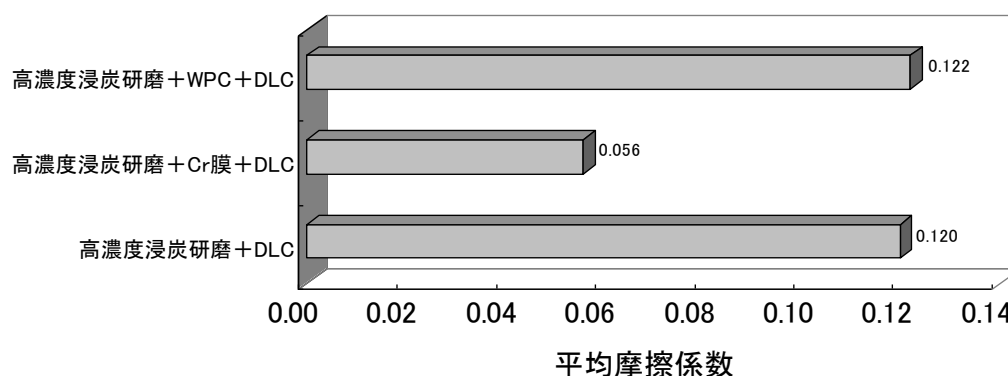


図 2.5 Ball on disk 試験時の平均摩擦係数

2-2-2 高密着性炭素皮膜製造技術の開発

高濃度浸炭材に異なるコーティング温度で DLC コーティングを行い、Ball on disk 式摩擦摩耗試験機で皮膜密着性を評価した。DLC 膜のコーティング条件は、温度以外の同一とした。図 2.6 に摺動試験後の DLC 膜の表面状態を示す。DLC 膜の高濃度浸炭材に対する密着性は、コーティング温度が低いほど良好であった。焼戻し温度以下でのコーティングにより、母材硬度の軟化防止のみならず、DLC 膜の密着性も高められることを確認した。

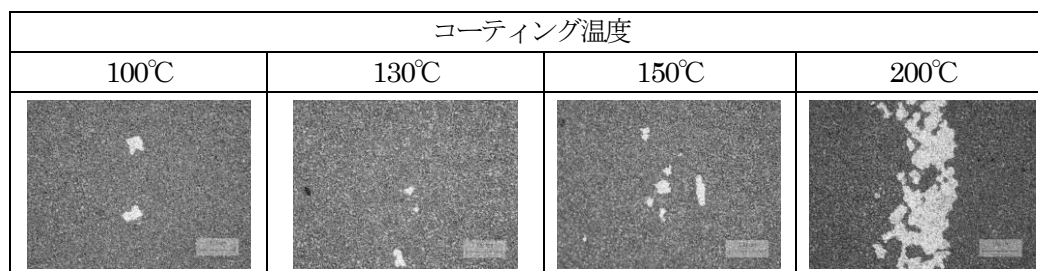


図 2.6 Ball on disk 式摩擦摩耗試験後の DLC 膜の表面状態 (1000 倍)

また、ロックウェル試験機を用いて、高濃度浸炭材にコーティングした DLC 膜の密着評価を行った。図 2.7 にコーティング温度の異なる DLC 膜のロックウェル圧痕押し込み試験結果を示す。図 2.7 の全ての圧痕エッジ部からの皮膜剥離が認められるが、コーティング温度が低い方が、剥離の程度は少なく、図 2.6 の摺動試験と同じ傾向を示した。

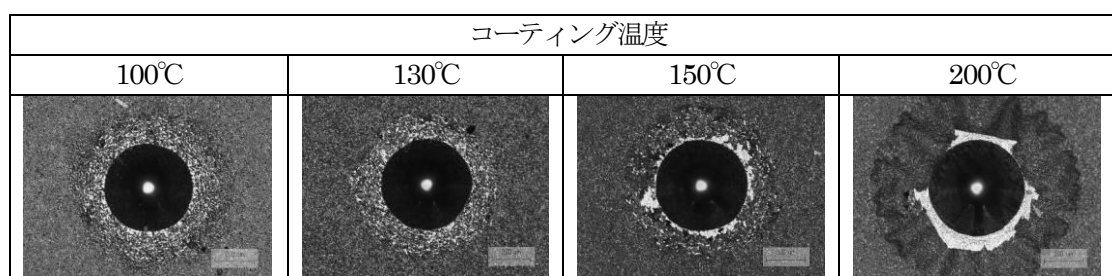


図 2.7 ロックウェル圧痕観察結果

以上、硬質皮膜コーティング技術の開発をまとめる。

- 1) 高濃度浸炭焼入れ材の表面に直接 DLC コーティングすることが焼戻し温度以下で可能となった。摩擦係数は表面形態が大きく影響することが明らかになり、条件を整えることにより摩擦係数 0.04～0.06 を達成した。
- 2) 高濃度浸炭焼入れ材に対する DLC 膜の密着性は、100℃ - 150℃の低温コーティングで得られた DLC 膜の方が、コーティング温度 200℃以上で得られた膜よりも良好であった。

2-3 浸炭複合加工装置の開発

2-3-1 概要

先述した要素技術を可能とし、浸炭複合加工プロセスによる自動車駆動系部品の高強度化を実現するための浸炭複合加工装置を開発した。

試作開発した浸炭複合加工装置は、搬入搬出室、プラズマ浸炭室、He加圧冷却室、硬質皮膜コーティング室の4つの処理室とそれらを繋ぐ搬送室の計5室で構築される。処理品は、搬送室に装備した搬送リフターで各処理室間を移動する。

図 3.1 に浸炭複合加工装置のシステム構成を示す。また、全体図を図 3.2 に示す。

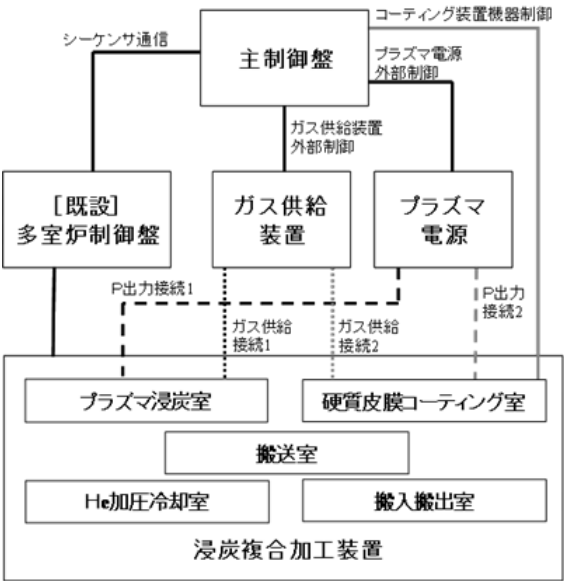


図 3.1 浸炭複合加工装置のシステム構成

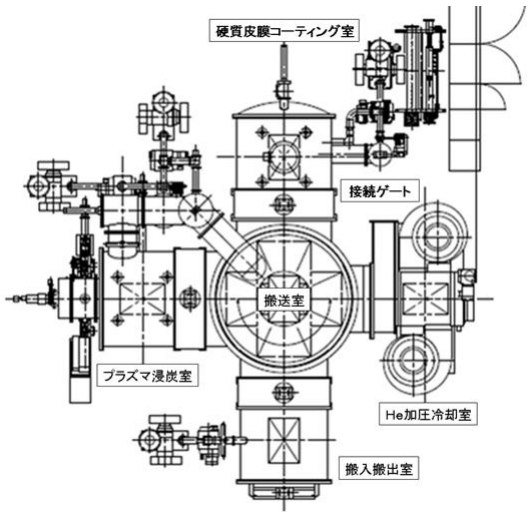


図 3.2 浸炭複合加工装置全体図

2-3-2 要素装置

浸炭複合加工装置は下記の要素装置を組み込んで構成されている。

①プラズマ電源

外観および仕様を図 3.3 および表 3.1 に示す。プラズマ電源は、浸炭プロセスの高度化技術、硬質皮膜コーティング技術の 2 つの要素技術に必要な仕様を満たす形で試作した。複合熱処理プロセスに要求される複数系統のプラズマ出力が印加できる。さらに、外部制御機能を持たせることで、主制御盤からの一貫した制御が可能である。



図 3.3 プラズマ電源外観

表 3.1 プラズマ電源の仕様

電源	400V-3 相
プラズマ出力	出力 1 : DC 20KVA 出力 2 : DC 120KVA
出力端子	2 系統 [F1、F2] 電源内部スイッチにて切替可能
外部制御	外部制御接続端子 出力設定可能 アナログ伝送 (4~20mA)

②ガス供給装置

外観および仕様を図 3.4 および表 3.2 に示す。本装置は、処理プロセスに必要な原料ガスを供給する装置で、使用ガス種、ガス流量の高精度な制御が求められる処理プロセスに対応できる。ガス種としては、 N_2 、 Ar 、 H_2 、 CH_4 、 C_3H_8 および O_2 の 6 種類が供給可能であり、処理プロセスに応じて 1 種類あるいは複数種の混合ガスとして供給する。流量制御は、ガス種ごとにマスフローコントローラにて設定調節し、2 箇所のガス供給取り出し口から各装置へ供給する。

さらに、外部との制御接続により処理プロセスに連動したガス種選択、流量制御が可能であることから、主制御盤からの一貫した制御が可能である。



図 3.4 ガス供給装置の外観

表 3.2 ガス供給装置の仕様

電源	200V－単相
供給ガス	N_2 、 Ar 、 H_2 、 CH_4 C_3H_8 、 O_2 計 6 種類
流量制御	マスフローコントローラー使用 O_2 : 1.00L/min (最大) その他 : 10.0L/min (最大)
取出口	2 箇所 (駆動バルブ)
圧力検知	各ガス供給圧力検出
外部制御	外部制御接続端子

③主制御盤

外観および仕様を図 3.5 および表 3.3 に示す。主制御盤は、浸炭複合加工装置の統括制御を行う装置である。浸炭複合加工装置の概要設計に基づき、主制御盤には処理プロセスに必要な原料ガス導入、温度調節、プラズマ印加および出力制御、炉内圧力といった処理条件を設定する機能、また設定値に基づいてガス供給装置、プラズマ電源などに対し処理プロセスに連動した制御指令を伝送する機能を備える。制御システムの開発ツールとして制御装置にシーケンサ、操作設定画面はタッチパネル操作盤を組み入れた。これらは、パーソナルコンピュータに専用の開発ツールソフトをインストールすることで、制御ソフト開発また操作設定画面の作成を行なえる機器である。



図 3.5 主制御盤の外観

表 3.3 主制御盤の仕様

電源	200V－3 相
操作設定画面	タッチパネル
制御装置	シーケンサ
外部制御機能	・ガス供給装置制御 ・プラズマ電源制御 ・多室炉制御盤と相互通信
コーティング装置制御機器	・プログラム温度調節計 ・記録計 ・各種圧力計 ・各制御機器

④硬質皮膜コーティング装置

外観および仕様を図 3.6 および表 3.4 に示す。装置構成の特徴として、処理室内の構成部品は全て金属材部品を使用して設計試作を行なった。処理室内に均一に処理プロセスガスを導入することができるガス導入ノズルを備える。装置内の真空排気能力は高真空領域まで排気して残留ガスを極力減少させた状態で実行できる構成とするため、油回転ポンプ、メカニカルブースターポンプ、油拡散ポンプを装備した。さらに、装置内処理圧力を一定に保つため、炉内調圧器を真空排気配管に取り付けてある。また、終了後に窒素ガス雰囲気にてファン冷却を行なえるように炉体上部に冷却ファンを装備し、処理室と装置内壁の間に冷却用の熱交換器を設置している。



図 3.6 硬質皮膜コーティング装置の外観

表 3.4 硬質皮膜コーティング装置の仕様

炉内有効寸法	600×600×900mm
積載重量	最大 500kg/グロス
昇温速度	室温から 600℃まで 1 時間
使用温度	100～600℃
プロセスガス	H ₂ , Ar, N ₂ , CH ₄ , C ₃ H ₈ , O ₂
炉内雰囲気圧力	10～1000 Pa 任意設定
到達真空度	6.7×10 ⁻³ Pa 以下 (空炉、常温、脱ガス後)
炉内リーク量	1.33×10 ⁻⁴ Pa・m ³ /sec 以下 (空炉、常温、脱ガス後)
排気速度	1.3×10 ⁻² Pa まで 10 分 (空炉、常温、脱ガス後)
プラズマ印加	プラズマ電源より供給するプラズマ出力を取り入れる電極構造とする
冷却機構	N ₂ ガス雰囲気 100kPa ファン冷却 600℃から 100℃まで約 30 分(空炉)

2-3-3制御プログラム

これら要素装置を含むシステムを機能させる制御プログラムを開発するため、装置の調整及び検証を行なった。ここでの課題は、搬送室と各処理室はそれぞれの仕切り扉により真空遮断されるため、接続する処理室内の温度、雰囲気圧力、処理品の有無などを把握し、接続ゲートならびに仕切り扉の開閉条件を見直す必要があった。これらの動作条件を決定し、各処理室間の搬送動作を安全かつ正常に実行できる制御プログラムを開発した。

次に、高濃度浸炭処理プロセスと硬質皮膜コーティング処理プロセスを連続的に実施可能とするプログラム開発を行った。プロセス動作を図 3.7 に示す。

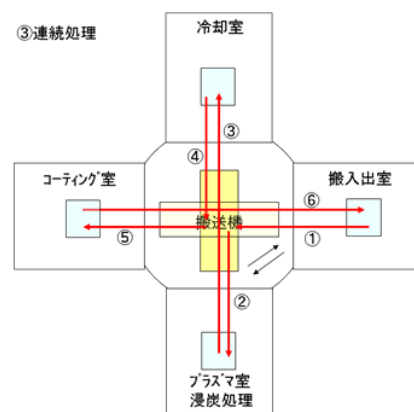


図 3.7 プロセス動作

2－3－4 浸炭複合加工装置の外観

完成した浸炭複合加工装置の外観を図 3.8 に示す。



図 3.8 浸炭複合加工装置の外観

以上、浸炭複合加工装置の開発をまとめる。

- 1) 駆動系部品の高強度化を目的とした浸炭複合加工プロセスの要素技術である高濃度浸炭プロセス、硬質皮膜コーティングプロセスを実行でき、かつこれらの処理プロセスを連続して実行可能な単一装置として開発した。
- 2) 本事業では、浸炭複合加工装置の概要設計を行ない、プラズマ電源、主制御盤、ガス供給装置、硬質皮膜コーティング装置、接続ゲートの各要素装置の開発を行なった。
- 3) さらに、2つの処理プロセスを実行可能な制御システムを構築し、制御プログラムの開発を行なった。

2-4 浸炭複合加工装置を利用した自動車駆動系部品の開発

2-4-1 浸炭複合加工プロセスの強度特性評価

近年のエンジンの高出力化や燃費向上に伴う自動車用変速機の小型・軽量化ニーズを背景に、変速機用歯車への負荷は一層厳しくなっている。歯車の高強度化において、ピッチング強度と歯元曲げ疲労強度の両方を向上させることは、非常に重要である。

ピッチング強度を向上させるには鋼の軟化抵抗性を向上させる必要があり、その方法の一つに高濃度浸炭処理により析出させた炭化物を利用する方法がある。さらにピッチング強度を向上させる方法として、硬質炭素系被膜（DLC）は、高硬度、低摩擦係数や表面平滑性といった特性を持ち、亀裂の発生抵抗を増大させるために有望な手段であると考えられる。しかしながら、高濃度浸炭材への DLC コーティングの報告はほとんどない。今回、ピッチング強度の向上を狙いとしてローラーピッチング試験を実施した。

一方、歯元曲げ疲労強度を向上させるには、ショットピーニングによる圧縮残留応力の増大が有効な手段であることが数多く報告されている。さらに高硬度の高濃度浸炭材へのショットピーニングの適用により高い圧縮残留応力の付与が期待される。また、DLC コーティングによる曲げ疲労強度への影響を調査した報告は少ない。そこで今回、高濃度浸炭材にショットピーニングを施した組み合わせ、さらにその後 DLC コーティングを施した組み合わせのこれら複合熱処理における 4 点曲げ疲労強度への影響について調べた。

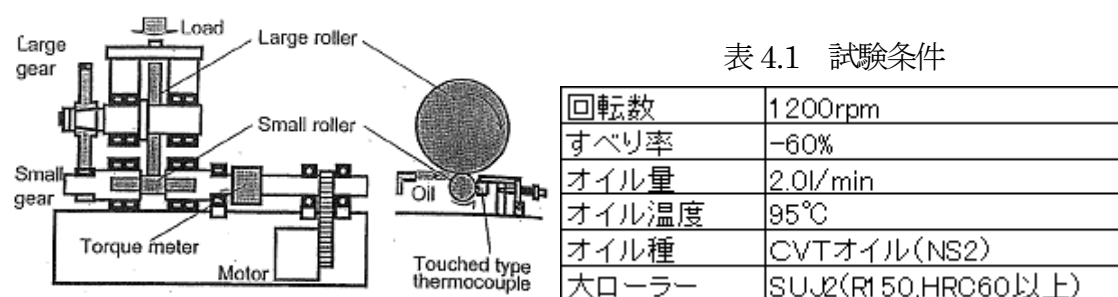


図 4.1 ローラーピッチング試験機の概要

ピッチング強度の評価には、コマツエンジニアリング製の二円筒式ローラーピッチング試験機を用いた。ローラーピッチング試験機の概要を図 4.1 に示す。

接触面圧は大ローラー側積荷レバーに載せる重錘の重量を変更することで調節した。潤滑油には設定温度に制御した自動車の自動変速機用の油を使用し、転がり排出側から二円筒の接触部位に毎分 2L の油を噴射した。またピッチングの発生は、試験機に取り付けた振動センサーで検出した。試験は繰返し数 1×10^7 回を打ち切り回転数とし、 1×10^7 回耐久したサンプルのうち最も高面圧の条件をピッチング強度とした。試験条件を表 4.1 に示す。

曲げ疲労強度の評価には島津製作所製電気油圧サーボ式疲労試験機を用いて、室温、大気中で 4 点曲げ疲労試験を実施した。試験条件を上スパン 20mm、下スパン 80mm、制御方式は荷重制御、sin 波で周波数 20Hz、応力比 $R=0.1$ 、最大繰返し回数は 1×10^6 回として実施した。応力計算は、FEM 解析と手計算より求めた（応力） $[\text{MPa}] = 0.1523[\text{MPa/N}] \times$ （荷重） $[\text{N}]$ を用いた。

図 4.2 にピッチング強度の試験結果を示す。面圧 3.8GPa で 2 回のピッチング発生寿命の平均は、高濃度プラズマ浸炭+2 段 SP 材で 2.5×10^6 回であった。一方、DLC コーティングを施した試験片では、2 回とも 1×10^7 回の打ち切り回数までピッチングの発生は認め

られず最も高寿命となった。これより、DLC コーティング品は、高濃度浸炭に対して面圧 3.8GPa で約 4 倍以上のピッチング寿命が得られた。高濃度浸炭材は、共析ガス浸炭に比べて約 2 倍、DLC コーティングによりさらに約 4 倍以上平均寿命が向上している。

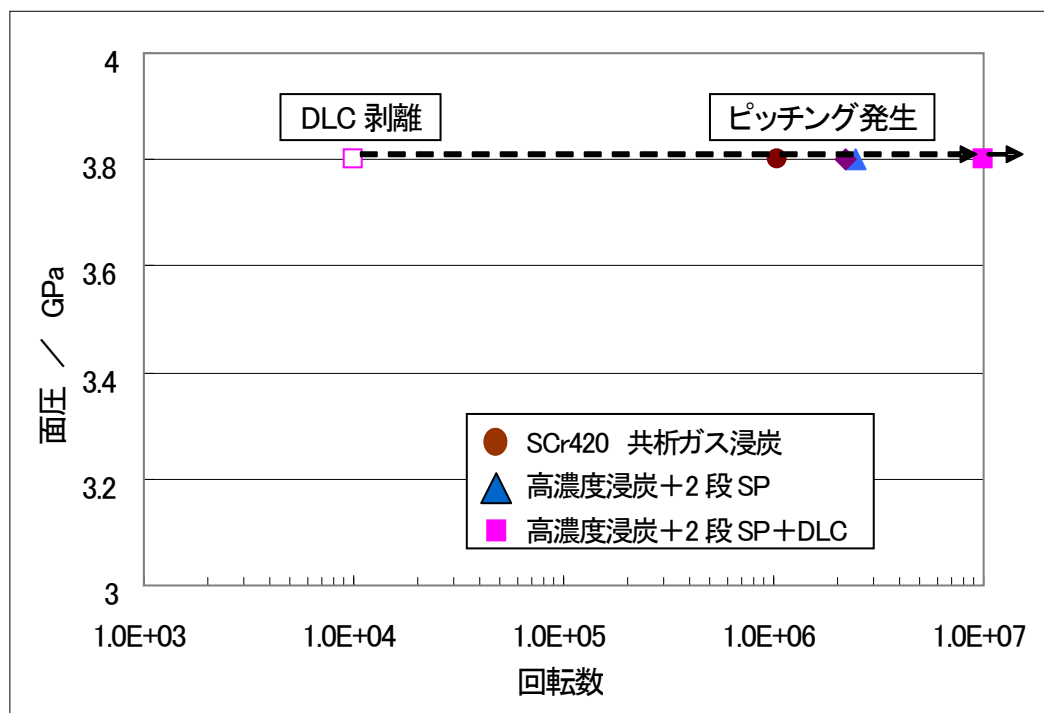


図 4.2 ローラーピッチング試験結果

図 4.3 に 4 点曲げ疲労試験結果を示す。開発鋼の高濃度プラズマ浸炭は、SCr420H 鋼の共析ガス浸炭に比べ疲労限が約 35%向上した。これまでにネット状の炭化物が析出すると曲げ疲労強度は低下することが報告されているが、今回の高濃度プラズマ浸炭では、粒界への析出物はなく粒内への微細炭化物であったことが曲げ疲労強度の向上に寄与したと考えられる。

開発鋼の高濃度プラズマ浸炭+2 段 SP 材、高濃度プラズマ浸炭+2 段 SP+DLC 材は、ほぼ同等の強度となった。これは、膜厚約 0.5 μ m の DLC 膜は曲げ疲労強度に影響を与えていないと推測される。これらは、ともに現行品である SCr420 鋼の共析ガス浸炭+1 段 SP 材に比べ疲労限が約 45%向上した。

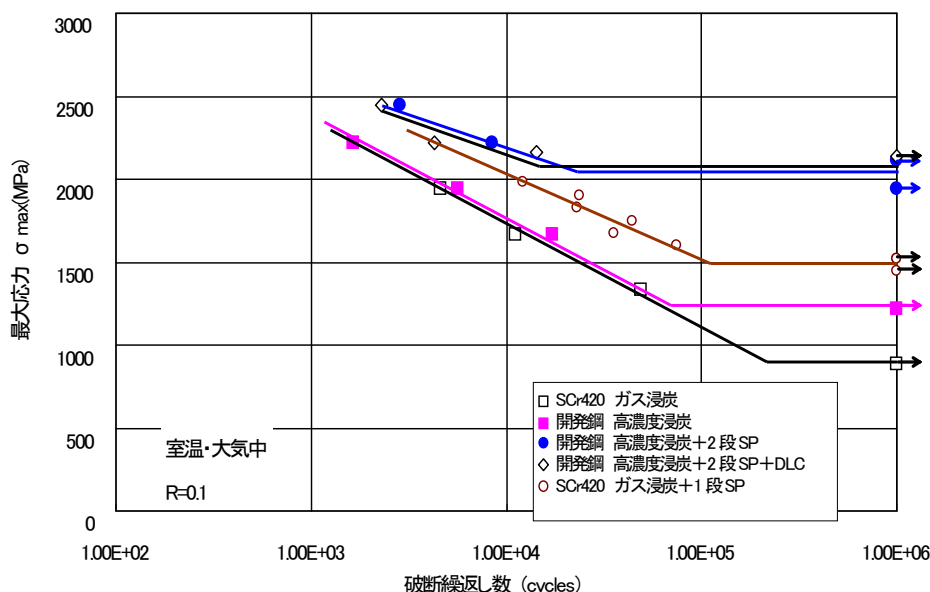


図 4.3 4 点曲げ疲労試験結果

2-4-2 駆動系部品の DLC コーティング

強度評価結果を踏まえ、駆動系部品への DLC コーティングを行った。プラズマ CVD 法はグロー放電プラズマを品物に直接印加することで、複雑な自公転治具を使用しなくても、比較的、簡便に均一処理が可能である。しかしながら、品物形状を考慮した処理条件を設定しなければ局部的に異常放電を起こしたり、エッジ効果が顕著に現れたり、実務的にはプラズマ特性を熟知しなければ、形状部品への均一処理は行えない。そこで、本事業でターゲットとしている駆動系部品を実際に用いて、適切なプラズマ条件と異常放電の発生する条件で、それぞれ DLC コーティングを行い、仕上がりに最も大きく影響を与える因子を見極めた。

スパッタリング時のグロー放電発光状態を記す。スパッタリングは、Ar+H₂ 雰囲気中で品物自体にグロー放電プラズマを印加して行なった結果、炉圧によってプラズマの発光状態に違いが認められる。炉圧が 13Pa の場合、陰極上の治具や品物に均一なグロー放電プラズマを印加することができる。13Pa 以下の炉圧(9~13Pa)でも、同様の現象を確認している。これに対して炉圧 14Pa でのプラズマ発光状態では、サンギアの内径で強グロー放電の発生が認められる。炉圧 14Pa 以上の場合にも同様の現象が起こり、炉圧 20Pa を超えるとアーク放電の発生も認められる。

次いで、コーティング時のプラズマ発光状態と仕上がり外観について記す。コーティングにおいても炉圧設定によりプラズマ発光状態に違いがあり、炉圧 22Pa(以上)になると、サンギア内部で強グロー放電が発生している。良質な DLC 膜をコーティングするためには、高電圧・低電流密度のプラズマ条件で処理を行なう必要があるが、強グロー放電が発生すると低電圧・高電流密度となるために不適切である。

図.4.4 に正常なグロー放電プラズマ雰囲気中で処理を行ったサンギアとピニオンプラネットの仕上がり外観を示す。接点以外の全面に DLC 膜がコーティングされており、プラズマ CVD 法の特長が認められる。ただし、処理後の治具のサンギア内径部の皮膜生成部が干渉色になっており、部分的に膜厚が薄くなっていることがわかる。プラズマ CVD 法であって

も深穴へコーティングは処理条件や治具形状の調整が重要と言える。

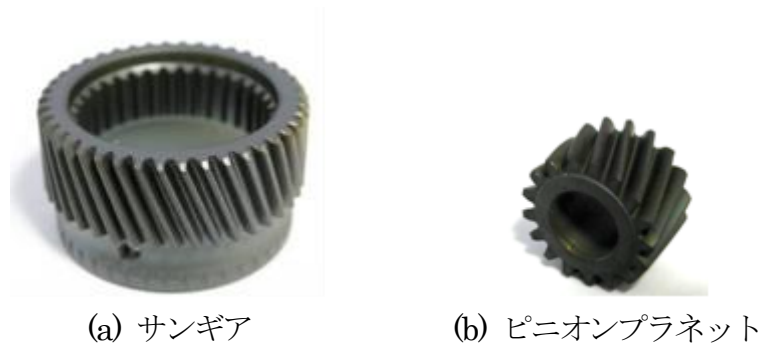


図 4.4 サンギアおよびピニオンプラネットの処理外観

以上、浸炭複合加工装置を利用した自動車駆動系部品の開発についてまとめる。

- 1) 高濃度浸炭+2 段 SP+DLC 材のピッチング強度を評価した結果、ガス浸炭と比較して 8 倍以上のピッチング寿命が延びた。DLC 膜の剥離寿命は 1×10^4 回と非常に短いですが、初期なじみ効果と発熱抑制効果によりピッチング寿命が延びたと考えられる。
- 2) 4 曲げ疲労試験において、高濃度浸炭+2 段 SP+DLC 材は現行品に比べて疲労限が約 45%向上した。

最終章 全体総括

本研究では、熱処理とコーティングの統合による複合加工技術を開発することにより、駆動系部品の高強度化を実現することを目的に開発を行った。その結果をまとめる。

浸炭プロセスの高度化技術として、自動車駆動系部品の高強度化に向けた処理条件の最適化とメタンガス等による高濃度浸炭技術の構築を行い、これを駆動系部品に対して適用した。得られた組織は軟化抵抗に優れており、ローラーピッチング試験において大幅に寿命が向上した。浸炭処理の高速化を図った結果、開発鋼と高温処理を組み合わせることで、従来のガス浸炭処理と比較して大幅な浸炭処理時間の短縮を実現した。

コーティングプロセスの開発では、高濃度浸炭焼入れ材の表面に、直接 DLC コーティングすることが焼戻し温度以下で可能となった。摩擦係数に関しては、コーティング材料の表面形態が大きく影響することが明らかになり、摺動性能の向上に寄与する DLC 膜が開発できた。密着性については、摺動時の皮膜密着性の評価結果を最優先して、密着性の向上に繋がるコーティング方法を検討した結果、高濃度浸炭焼入れ材に直接コーティングしてもある程度の皮膜密着性が確保できるようになった。

これら要素技術を統合した浸炭複合加工プロセスを可能にする浸炭複合加工装置を試作した。各要素技術開発と連動し、装置の試作、制御システム・プログラム開発を行ない、浸炭複合加工装置が完成した。

浸炭複合加工プロセスのピッチング強度と歯元曲げ疲労強度に対する影響を調査した結果、現行共析ガス浸炭品と比較して、ピッチング強度が 8 倍以上、歯元曲げ疲労強度が約 45% 向上した。

今後の事業化展開として、硬質皮膜コーティング技術では、高濃度浸炭部材表面に炭素皮膜をコーティングするプロセス技術の最適化条件の検証を継続する。また、自動車駆動系部品の開発では、開発目標値をほぼ達成している。しかし、市場環境が急速にエンジン・ハイブリッド自動車から電気、燃料電池自動車の開発へ舵をきったため、対象部品の見極め評価が再度必要となった。既開発技術の低燃費エンジン自動車部品への適用、評価並びに電気、燃料電池自動車を構成する部品への処理最適化条件などについて補完研究を継続する。