

平成23年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「低温プラズマ窒素イオン注入法による低摩擦高耐摩耗駆動系部材表面の開発」

## 研究開発成果等報告書

平成24年 3月

委託者 関東経済産業局

委託先 地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター

## 目 次

### 第1章 研究開発の概要

#### 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

##### 1-1-1 研究開発の背景

##### 1-1-2 研究目的

#### 1-2 研究体制

##### 1-2-1 研究組織・管理体制

##### 1-2-2 研究実施者・研究管理者

##### 1-2-3 研究協力者

#### 1-3 成果概要

##### 1-3-1 浸炭処理部材への低温プラズマ窒素イオン注入法の適用

##### 1-3-2 金属繊維編成用編針のための DLC 膜

#### 1-4 プロジェクトの管理・運営

# 第1章 研究開発の概要

## 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

### 1-1-1 研究開発の背景

近年の世界的環境負荷低減施策に伴い、輸送機械や建設機械、産業機械、一般機械などの高効率化・省エネルギー化・CO<sub>2</sub>削減は避けて通ることのできない課題となっている。主要産業の世界市場規模の概略を図1に示す。他産業分野と比較して、製造技術分野はその市場規模が突出しており、当該分野を牽引しているのは自動車を中心とした輸送機械や建設機械、産業機械、一般機械であることがわかる。ところで自動車の場合、使用する燃料の約2/3は摩擦や熱として損失している。仮に摩擦や熱の損失を抑えることで、世界中で稼働している約5億台の自動車の燃料消費を5%低減できた場合、その省エネルギー量は日本全世帯の電気量の約半年分に相当する。したがって、高効率化・省エネルギー化・CO<sub>2</sub>削減に対する各種機械用駆動系部材表面の摩擦摩耗特性向上、すなわち表面の高機能化の寄与は極めて大きい。加えて、当該分野の市場規模より、駆動系部材表面の高機能化による潜在的経済効果は計り知れない。そのため、表面の高機能化を達成する技術として、駆動系部材のための浸炭・窒化・高周波熱処理は欠くことのできない技術となっている。

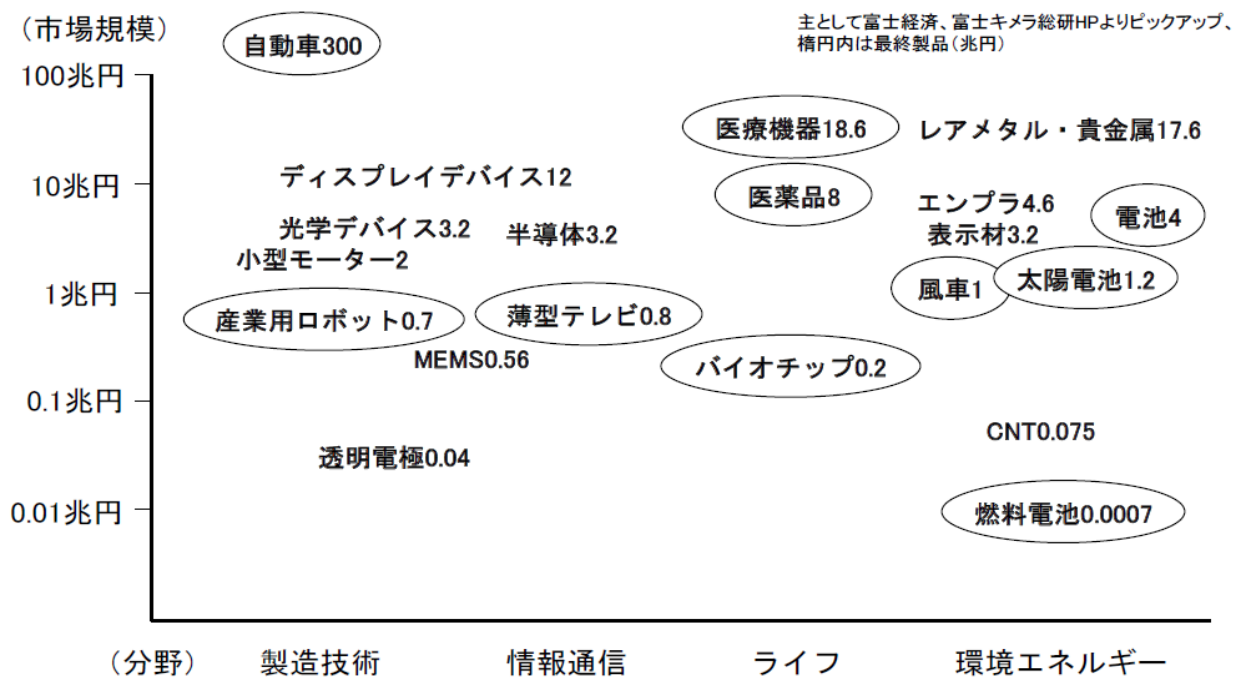


図1 主要産業の世界市場規模の概略

ところで、現在のガス雰囲気および塩浴浸炭・窒化処理は、炉壁からの放熱、可燃性ガスの危険性などの面から、機械加工ラインとは別の隔離されたエリアか別棟で行われることが一般的である。しかし、前述の世界的環境負荷低減施策に伴い、生産現場においても、各工程を同期化させた同期生産化やクリーンファクトリー化が急速に進められている。特に、前後工程との連携に資する技術開発(高度化指針の熱処理に係る技術に関する事項：2. 熱処理技術における高度化目標の達成に資する特定研究開発等の実施方法を参照)として、インライン化技術は大変重要な位置付けにある。最近では、日産自動車などにより、真空熱処理技術の適用を中心とした浸炭処理の機械加工ラインへのインライン化が進められている。また、本事業の中小企業者であるパーカー熱処理工業株式会社は、1995年よりフランスのECM社と技術提携して、連続低圧浸炭焼入装置(Installation de Comentation Bass Pression; ICBP, 図2)をいち早く日本に導入した。ICBPの加熱セル数の変遷を図3に示す。パーカー熱処理工業では、機械加工と低圧浸炭焼入処理のインライン化をすでに実現しており、十分な販売実績を上げていることがわかる。一方、真空熱処理技術は、機械加工ラインへのインライン化だけでなく、熱処理時間短縮による生産性の向上、熱処理炉の省エネルギー化などの利点も多く、クリーンファクトリー化に多大に貢献する次世代熱処理技術として期待が高い。

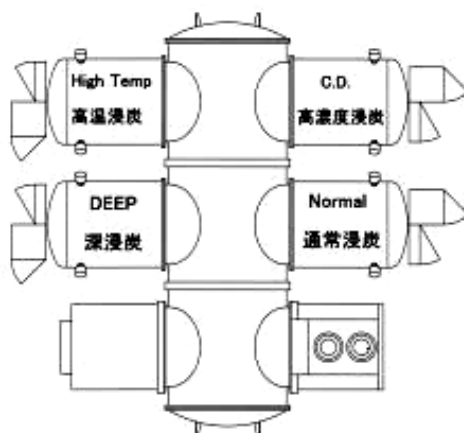


図 2(a) 連続低圧浸炭焼入装置(ICBP)の概略(平面図)

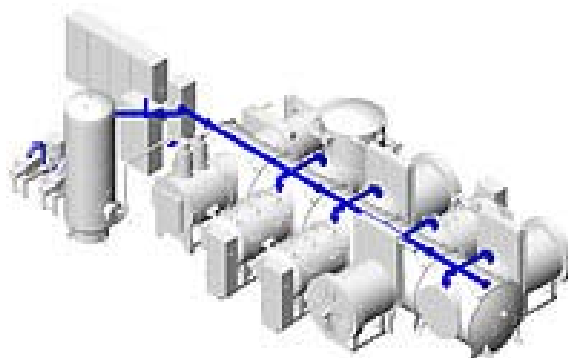


図 2(b) 連続低圧浸炭焼入装置(ICBP)の概略(鳥瞰図)

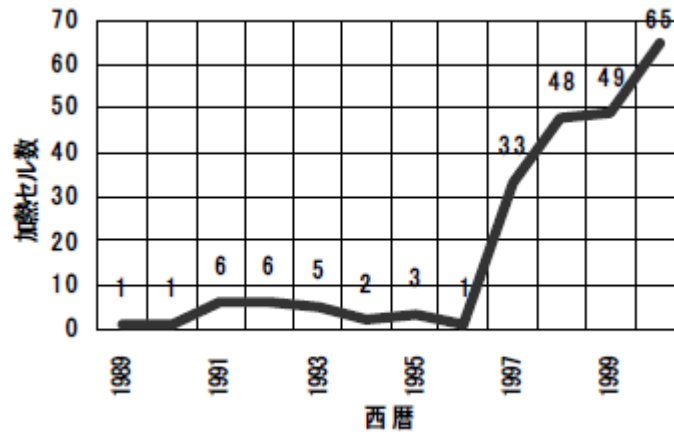


図3 ICBPの加熱セル数の遍歴

高効率化・省エネルギー化・CO<sub>2</sub>削減や技術技能継承，人材育成，技能デジタル化，標準化，製品の多様化などの社会的背景や，生産性向上，コスト低減，新部品対応，海外拠点化などの川上・川下製造業者が思慮すべき経済的背景を鑑みると，「高度化・高付加価値化」を促す加工技術の開発，「IT化」をキーワードとした技術の向上，「環境配慮」を念頭に置いた開発，の以上3点が熱処理技術開発の方向性として求められる．加えて，機械要素部材間の更なる低フリクション化・高強度化・高耐久性を達成するためには，各種熱処理の連続化など，熱処理の複合化に資する技術(複合熱処理加工技術)が担う責務は非常に大きい．現在の表面熱処理・表面改質技術を支えるのは浸炭・窒化・高周波処理であり，その日本における市場規模は数千億円である．十数年前より Physical Vapor Deposition (PVD)， Chemical Vapor Deposition (CVD)などの表面被膜処理が様々な機械要素部材表面に適用されているが，その市場規模は約300億円弱(2002年度時点)であり，現時点では浸炭・窒化・高周波処理に変わって台頭するほどのものではない．一方，浸炭と窒化の複合熱処理加工技術は，以前よりその必要性は叫ばれていたにもかかわらず，インライン化が遅々として進んでいないのが現状である．この大きな理由として，従来の浸炭および窒化の処理温度が異なる点がある。

ガス浸炭・塩浴浸炭処理は，処理材を～1050℃程度のオーステナイト領域まで加熱した状態で浸炭処理を行い，その後焼入焼戻を行う，浸炭焼入れが一般的である．適切な温度にて焼戻しを行い，用途に応じた性能(硬さ，強度，耐摩耗性など)を持つ処理材に仕上げる．一方，ガス窒化・塩浴窒化処理は，処理材を～500℃程度まで加熱した状態で窒化処理を行う．ゆえに浸炭と窒化を連続して行う場合，窒化処理が高温焼戻しと同様の効果を与える結果，処理材の性能が著しく低下する(焼戻軟化抵抗の低下)問題点がある．よって，浸炭と窒化の複合熱処理加工技術において，窒化処

理に求められる最も重要な技術は、浸炭により得られた性能を損なうことなく窒化を行うこと、すなわち【低温かつ熱拡散処理が不要であること】である。

以上のような背景を鑑みて、自動車に関する、および建設機械、工作機械に関する川下製造業者等の抱える課題及び要請(ニーズ)について、背景・研究開発動向を要約する。

#### (1) 自動車に関する事項

近年、世界のエネルギー需要は非 OECD 国の伸張がめざましく、有限である石油資源の需給は厳しくなると予測される。また、二酸化炭素の削減は地球的テーマであり、先進国の削減目標は大きい。日本では改正省エネ法に基づき、2015 年までに自動車の燃費を 23.5%改善することが義務付けられている。そのため、自動車メーカーではエンジン車の性能向上に加えて、ハイブリッド車や電気自動車の開発が進められている。中でも動力伝達機構の低フリクション化は、自動車の高性能性を損なうことなく省エネルギー化を図ることができ、率先して取り組むべき重要な課題である。

#### (2) 建設機械、工作機械に関する事項

建設機械において、石油資源の需給、二酸化炭素の削減などの省エネルギー、環境問題に対するニーズは、自動車と同様に動力機関、動力伝達機構を持つことにおいて全く同じである。また、建設機械は山岳部などメンテナンスのインフラ環境が悪い場所で使用することが多いため、駆動系においても性能の信頼性・安全性は大変重要である。建設機械の駆動系部材は、曲げ疲労、面疲労、耐摩耗性を確保するために、部材表面に対して浸炭処理を施すのが一般的である。浸炭処理部材に対して、さらに化成処理などの複合処理を施して耐摩耗性を向上させているものも多い。これら部材の表面は、低フリクション化の観点からさらなる特性向上が求められている。前項でも述べた通り、部材表面の低フリクション化は、省エネルギー化、二酸化炭素の削減などの環境負荷低減に繋がることから、大きなニーズとなっている。

### 1-1-2 研究目的

本研究は、経済産業大臣が指定する「特定ものづくり基盤技術」、およびその高度化のために、川下産業の最先端ニーズを反映して行われるべき研究開発等の内容、人材育成・知的資産活用の在り方、取引慣行の改善等に関する将来ビジョンたる指針である「特定ものづくり基盤技術高度化指針」に基づき、目的の設定を行う。

前述の通り、本研究開発にて把握している自動車、および建設機械、工作機械に関する課題および要請(ニーズ)は、「特定ものづくり基盤技術高度化指針」と方向性が一致している。特に、機械要素部材間の更なる低フリクション化・高強度化・高耐

久性を達成するためには、「特定ものづくり基盤技術高度化指針」のうち、以下の項目に密接に対応していると考えられる。

(十六) 熱処理に係わる技術に関する事項

1 熱処理に係わる技術において達成すべき高度化目標

(1) 自動車に関する事項

川下製造業者の抱える課題及びニーズ

カ. 環境配慮

キ. 低フリクション化

・上記を踏まえた高度化目標

イ. 工程短縮や高機能化を可能とする高度熱処理技術の開発

カ. 熱処理時間の短縮及び省エネルギーに資する技術の開発

(2) 建設機械、工作機械に関する事項

川下製造業者等の抱える課題及びニーズ

ケ. 環境配慮

サ. 低フリクション化

・上記を踏まえた高度化目標

イ. 工程短縮や高機能化を可能とする高度熱処理技術の開発

カ. 熱処理時間の短縮及び省エネルギーに資する技術の開発

機械要素部材間の更なる低フリクション化・高強度化・高耐久性を達成するための一つの手段として、現行品の性能を損なうことなく、付加価値の高い特性を付与することが考えられる。本研究開発では、浸炭と窒化の複合熱処理加工をブレークスルー技術とすべく、研究を行う。浸炭と窒化の複合熱処理加工技術において、窒化処理に求められる最も重要な技術は、浸炭により得られた性能を損なうことなく窒化を行うこと、すなわち【低温かつ熱拡散処理が不要であること】である。

以上を踏まえて、本研究開発において達成すべき代表的項目を以下の通りに設定する。

① 浸炭処理材表面の低フリクション化

システムの性能向上に寄与する、重要な目標である。加えて、高効率化・省エネルギー化、CO<sub>2</sub>削減など、環境負荷に対する二次的効果も大きい。本研究開発では、浸炭処理部材に低温プラズマ窒素イオン注入と DLC 成膜を組み合わせ、30%以上の摩擦特性向上を目指す。

② 浸炭処理部材表面の耐摩耗性の向上

低フリクション化と並び、システムの性能向上に寄与する、重要な目標である。一般的見地として、低フリクション化の達成が耐摩耗性の向上につながることが多く、本提案のターゲットのひとつである自動車、建設機械などの動力伝達部品も例外ではない。加えて、低フリクション化と同様、高効率化・省エネルギー化、CO<sub>2</sub>削減など、環境負荷に対する二次的効果も大きい。本研究開発では、浸炭処理部材に低温プラズマ窒素イオン注入と DLC 成膜を組み合わせ、30%以上の摩耗特性向上(摩耗量比較)を目指す。

### ③ 金属繊維用編針，樹脂材，ゴムなどのための DLC 膜の開発

平成 21 年 2 月より、中小ものづくり高度化法に基づく特定ものづくり高度化指針の一部が改訂され、熱処理に係る技術の実施方法(3)環境配慮に対応した技術開発の方向性に関して、DLC 製膜技術という項目が追加された。対象は非熱処理材、プラスチック、ゴムなどであり、目的は表面改質による高機能化である。本研究開発では、当該追加項目に資するべく、金属繊維用編針(非熱処理材)、樹脂材、プラスチックなどのための DLC 膜の開発を行い、各種実用製品への処理技術の適用を目指す。

### ④ 量産処理

実用化における量産処理は、達成すべき重要な目標である。本研究開発では、歯車や金属繊維用編針などの量産処理について検討する。

これらの目標を達成する手段として、本研究開発では高周波 - 高電圧パルス重畳型プラズマイオン注入成膜法(Plasma Based Ion Implantation and Deposition; PBII&D)による低温プラズマ窒素イオン注入の適用を検討する。PBII&D 法の概略を図 4 に示す。PBII&D 法の特徴は以下の通りである。

#### ① 工程の短縮

処理部材表面に直接窒素イオンを打ち込むことができるため、処理部材の前処理などが不要である。

#### ② 環境負荷が小さい

真空熱処理技術であるため、従来の熱処理手法と比べて省エネルギー、低エミッション効果が非常に高い。加えて、排出ガスは窒素のみであるため、環境負荷物質の排出がない。

#### ③ 150°C以下の低温処理が可能

150°C以下の低温処理が可能であるため、処理部材の焼戻軟化抵抗の低下が起こらない。

#### ④ 複雑形状品の均一処理が可能

まず処理部材をプラズマアンテナとして処理材周囲に窒素プラズマを発生させ、



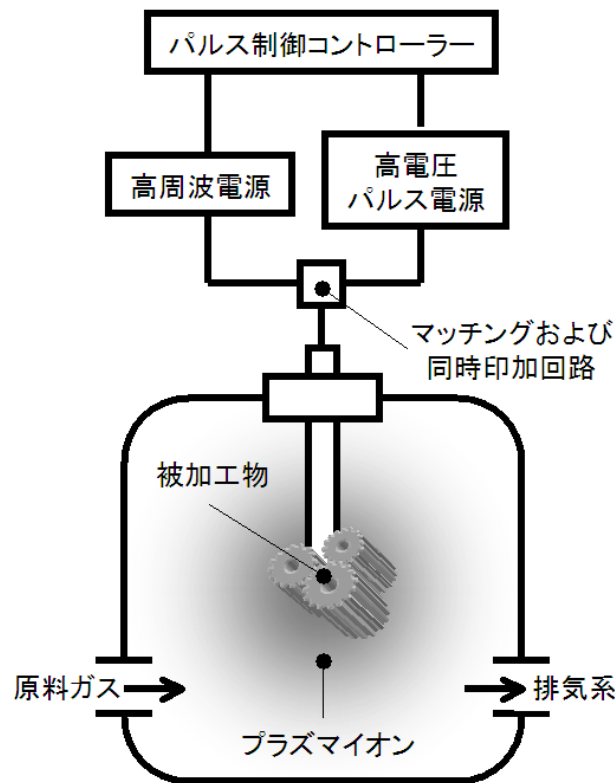


図4 PBII&D法の概略

次に処理材に高パルス電圧を付与することにより、処理材表面に窒素プラズマイオンを注入するため、処理部材の形状に左右されない。加えて、材料組成などの影響を受けない。

以上を踏まえて、本研究開発では以下の研究項目について実施する。

**【1】 浸炭処理部材への低温プラズマ窒素イオン注入法の適用**

本研究開発では、原料ガスに窒素などを用いることで、処理部材表面の窒化処理を行う。窒化層の濃度分布や深さは、処理時の圧力、高周波電源出力、高パルス電圧などにより制御できる。加えて、適切なイオン注入処理条件を与えることで、250°C程度まで処理温度を上げることが可能である。PBII&D法は処理部材の形状に左右されない、材料組成などの影響を受けない等の特徴があるが、窒化層の深さを増加する方法を打ち出す必要性がみとめられたため、本研究開発では、処理条件の更なる最適化によって窒化層の深さの増加を図りつつ、DLCを連続的に成膜することで、処理部材表面の低摩擦、高耐摩耗化につなげる。

**【1-1】 低温プラズマ窒素イオン注入法の基礎実験**

窒化層の深さに関し、窒化処理条件の更なる最適化・制御及びその再現性向上を目的として、窒素イオン注入を行う。加えて、DLCの連続成膜処理(後述の【1-3】項

を参照)を行い、窒素イオン注入/DLC 成膜処理について検討する。

#### 【1-2】 駆動部材への低温プラズマ窒素イオン注入法の実証実験

駆動系部材として歯車(浸炭処理済み)に対する窒素イオン注入/DLC 成膜処理を行う。また、後述の【2-1】、【2-2】、【3-1】項の結果をフィードバックしつつ、歯車のための処理条件の最適化を行う。

#### 【1-3】 駆動部材への DLC 適用と実用化の可能性検討

浸炭処理部材表面に対して、低温プラズマイオン注入法による DLC の成膜を行う。また、窒素イオン注入/DLC 成膜の連続処理について検討する。後述の【2-1】、【2-2】、【3-1】項の結果をフィードバックしつつ、窒素イオン注入/DLC 成膜の連続処理の条件の最適化を行う。

#### 【2】 低温プラズマ窒素イオン注入した処理部材の解析

処理部材の構造・特性の学術的根拠について解析する。加えて、再現性の確認を行う。得られたデータ処理条件の最適化・制御にフィードバックする。

##### 【2-1】 処理部材の表面組織、窒素濃度分布、硬さなどの分析、メカニズム解析

窒化層の深さの増減メカニズムについて解析する。加えて、窒素イオン注入/DLC 成膜の連続処理に関して、DLC 膜の密着性に主眼を置いた各種分析を行う。特に、後述の【3】で行うローラーピッチング試験、歯車耐久試験、薄膜摩耗試験前後の試料の評価分析に重点を置く。

##### 【2-2】 処理部材の表面組織及び硬さなどの分析

窒化層の深さの増減メカニズムとその処理条件の最適化について検討する。加えて、窒素イオン注入/DLC 成膜の連続処理に関して、その処理条件の最適化について検討する。得られた結果、及び【3】で行うローラーピッチング試験、歯車耐久試験、薄膜摩耗試験結果を踏まえて、【1】へフィードバックしつつ、ニーズに即した特性の達成を念頭に置きつつ分析を進める。

#### 【3】 低温プラズマ窒素イオン注入した処理部材の摩擦、摩耗特性測定

処理部材の摩擦、摩耗特性をボールオンディスク試験、ローラーピッチング試験、歯車耐久試験などにより評価する。最終的に、あらゆる使用環境に対応できるよう、処理条件の制御による摩擦特性、摩耗特性、疲労特性などの各種特性の最適化・制御を目指す。得られた結果の評価に関して、【2】の結果も加味した検討を行い、前述の【1】へのフィードバック、及び処理条件の最適化につなげる。

#### 【4】 非熱処理材、プラスチック、ゴムなどへの低温プラズマイオン注入法の適用

非熱処理材、プラスチック、ゴムなどの実用部品のための表面改質技術として、低温プラズマイオン注入法の適用について検討する。PBII&D 法による DLC 膜の予備実験や実用品への適用について蓄積してきた経験・知識を参考として、基礎実験の

再現性検証，及び実証試験を並行して行う．

#### 【4-1】 低温プラズマイオン注入法の基礎実験

金属繊維用の編針，ポリカーボネート板，ゴムタイヤを想定した標準試料の表面に対して，低温プラズマイオン注入法による DLC 膜を適用し，表面／断面観察，XPS による深さ分析，硬さ分布測定，などの各種分析を行う．得られた結果をフィードバックし，処理条件の最適化・制御を行う．

#### 【4-2】 各種実用部材への低温プラズマイオン注入法の適用

金属繊維用の編針のための DLC 膜は，特に低摩擦性，高耐摩耗性が求められている．ポリカーボネート板のための DLC 膜は，特に高導電性が求められている．ゴムタイヤのための DLC 膜は，特に化学的安定性，高変形能，耐塩水性が求められている．求められている各種特性に留意しつつ，PBII&D 装置により DLC を成膜し，【4-3】にて処理品の各種特性評価を行う．【4-1】の成果も鑑みて，処理条件の最適化・制御を行う．

#### 【4-3】 実環境下における各種特性評価

金属繊維用の編針，ポリカーボネート板，ゴムなどの実用処理品について実証試験を行い，各種特性を評価する．実証試験前後の処理品について各種分析を行い，学術的根拠について検討する．処理条件の最適化だけでなく，その制御を行うことで，様々な実用製品に求められる特性の多様化に対応する．最終的には，対象とする実用製品に求められる特性を満たす，最適な処理条件を決定する．

## 1－2 研究体制

### 1－2－1 研究組織・管理体制

本研究開発における研究実施者・事業管理者は以下の通りである．

#### 【研究実施者 1】：パーカー熱処理工業株式会社

本研究開発により，機械加工ラインへのインライン化を念頭に置き，PBII&D 装置の窒素イオン注入処理，DLC 成膜処理を行う．現有の摩擦摩耗試験機を用いて，できるだけ実用環境に近づけた摺動条件で摩擦摩耗試験を行う．また，現有の組織観察環境，硬さ試験機を用いて，処理部材を評価する．この際，量産を視野に入れた処理部材の品質管理技術の構築を念頭に置く．処理条件の最適化・制御について検討する．主として，産業製品への実用化を念頭においた評価を行う．

#### 【研究実施者 2】：地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター

現有の PBII&D 装置を用いて，浸炭処理部材表面の窒化処理を行う，低フリクション化，耐摩耗性向上を達成するための基礎的実験を行う．各種分析評価を行い，処理

部材の構造や特性発現に関する学術的根拠を解明する。処理条件の最適化・制御について検討する。また、光学顕微鏡による組織観察環境、XPS、SEM、XRD、ボールオンディスク試験機、スクラッチ試験機、各種硬さ試験機など、世の中に存在する一般的な分析装置はほとんど現有していることから、必要に応じて様々な分析評価を行う。主として、学術的根拠の模索や理論解析を行う。

【研究実施者3】：仙台高等専門学校

PBII&D 装置により処理した試料の、特に疲労耗性について検討する。各種分析評価を行い、処理部材の構造や特性発現に関する学術的根拠を解明し、処理条件の最適化・制御について検討する。

【事業管理者】：地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター

地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センターは、平成 18 年に独法化した機関であり、東京都産業労働局が所管官庁である。地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センターは都内中小企業が抱える技術的課題の解決のために、以下の技術支援事業を行っている。

(1)試験：試験・検査機器を持たない中小企業の依頼に応じ、製品や部品などの試験・分析を行うとともに、技術開発や品質改善のためのアドバイスをを行っている。

(2)研究：企業・業界のニーズや行政課題に応じ、新製品・新技術開発、品質向上、安全性、評価・分析等に関する研究を行っている。

(3)相談・講習会等：電話・来所による技術相談や工場等での実地相談、産業技術に関する研修・講習会を実施している。また、機器の開放や交流活動を行い、中小企業を技術面から支援している。

## 1-2-2 研究実施者、研究管理者の氏名

本研究開発における研究実施者氏名、研究管理者氏名は以下の通りである。

【総括研究代表者(Project Leader; PL)】：

氏名： 川口 雅弘

所属： 地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター 事業化支援本部  
高度分析開発セクター 副主任研究員

【副総括研究代表者(Sub Project Leader; SL)】：

氏名： 青木 智幸

所属： パーカー熱処理工業株式会社 取締役技術本部長

【研究実施者氏名】：

氏名： 星野 新一

所属： パーカー熱処理工業株式会社 技術研究所 所長

氏名： 濱本 浩行

所属： パーカー熱処理工業株式会社 研究員

氏名： 中村 翔

所属： パーカー熱処理工業株式会社 研究員

氏名： 渡邊 陽一

所属： 仙台高等専門学校 マテリアル環境工学科・材料工学科 教授

**【研究管理者】：**

氏名： 三尾 淳

所属： 地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター 開発本部 開発企  
画室 室長

氏名： 小林 英二

所属： 地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター 開発本部 開発企  
画室 係長

氏名： 高橋 千秋

所属： 地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター 開発本部 開発企  
画室

氏名： 金野 清彦

所属： 地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター 総務部財務会計課  
経理係長

氏名： 佐藤 岳

所属： 地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター 総務部財務会計課  
経理係

### 1-2-3 研究協力者

**【アドバイザー】**

氏名： 横瀬 敬二

所属： 東京都立産業技術研究センター エンジニアリングアドバイザー  
兼 表面技術協会 評議員

氏名： 守屋 悟

所属： 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 課長

氏名： 山本 啓介

所属： 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 課長

## 1-3 成果概要

### 1-3-1 浸炭処理部材への低温プラズマ窒素イオン注入法の適用

#### (1) 基礎実験

本項では、低温プラズマ窒素イオン注入法の基礎実験を行った。本研究開発において重要なポイントは、浸炭により得られた性能を損なうことなく窒化を行うこと、すなわち【低温かつ熱拡散処理が不要であること】である。本研究開発では、K熱電対温度センサーを用いて注入直後の炉内試験片温度を測定した。加えて、あらかじめ標準試料の焼戻軟化曲線を把握しておき、処理後の硬さを測定し、おおよその処理温度を推定した。図5に標準試料(SK105)の焼戻軟化曲線を示す。焼戻温度と硬さが比例関係にあることがわかる。

本研究開発で用いた試料の概略を図6に示す。試料はSCr420とした。試料は、低圧浸炭処理装置(ICBP)により、あらかじめ図7のような浸炭処理を施した。

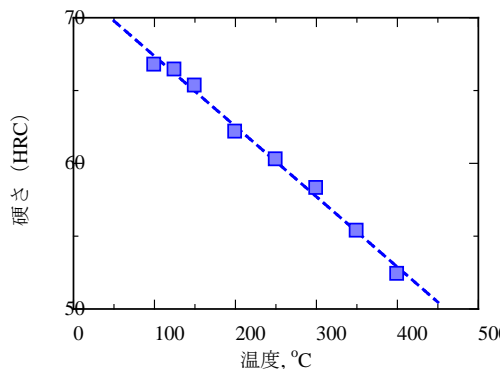


図5 SK105の焼戻軟化曲線

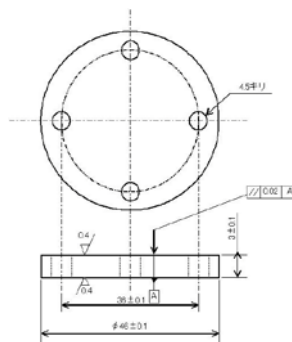


図6 SCr420試料の概略

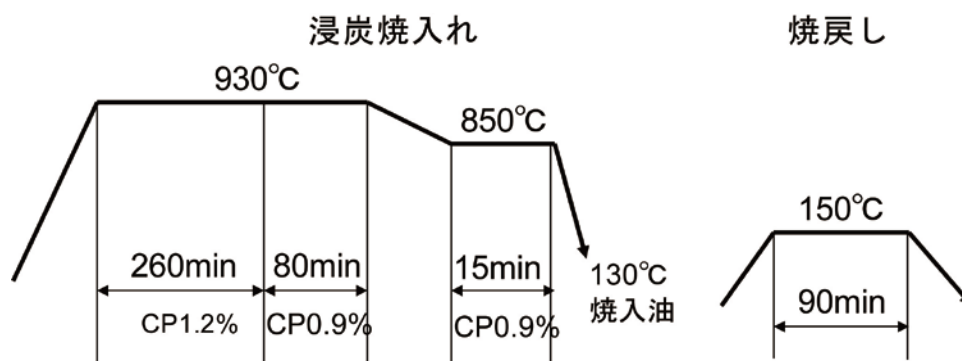


図7 ICBPによるSCr420試料の浸炭処理

## (2) 処理部材の解析

窒素イオン注入前後の試料の断面組織観察結果を図 8, 図 9 に示す. また, 処理前後の表面硬さ分布を図 10 に示す. 図 8, 9 より, イオン注入後に組織が多少粗くなっていることがわかる. また, 図 10 より, 未処理と比べて処理条件によっては表面硬さ分布が低下することがわかる. これは窒素イオン注入処理時に基板温度が上昇し, 焼戻軟化が生じるためである. 一方, 表面硬さが上昇する条件も存在することから, 窒素イオン注入効果と焼戻軟化のトレードオフをどのように適切化するかが, 処理条件設定におけるノウハウである.

PBII&D 法による各種処理品と硬さの関係を図 11 に示す. 図 11 より, 基準である浸炭品と比較して, 印加電圧 15kV, 処理圧力 0.5Pa, 処理時間 3h のものは, 表面における硬さの低下が小さいことがわかる. 一方, 印加電圧を 10kV まで下げることで, より低温処理が可能であることを確認した. 摩擦摩耗特性(後述)も向上していることから, 処理条件(印加電圧 10~15kV, 処理圧力 0.5Pa, 処理時間 3h)を主軸として, より適切な条件を模索する.

窒化処理後の歯車の硬さ分布を図 12 に示す. 図で, 条件 2-1, 2-2 は印加電圧 10kV, 条件 2-3, 2-4 は印加電圧 15kV, 条件 2-5 は印加電圧 20kV である. 図より, 条件 2-5 は明らかに表面硬さが低下していることがわかる. これは処理温度が上昇することで焼戻しによる軟化が起こったためと考えられる. 一方, 条件 2-1~2-4 は, 浸炭品(窒化未処理)と比較して表面硬さはほとんど低下していない. したがって, 実用品である歯車に対しても, 浸炭処理の特性を下げることなく窒化特性付与が可能であることがわかる.

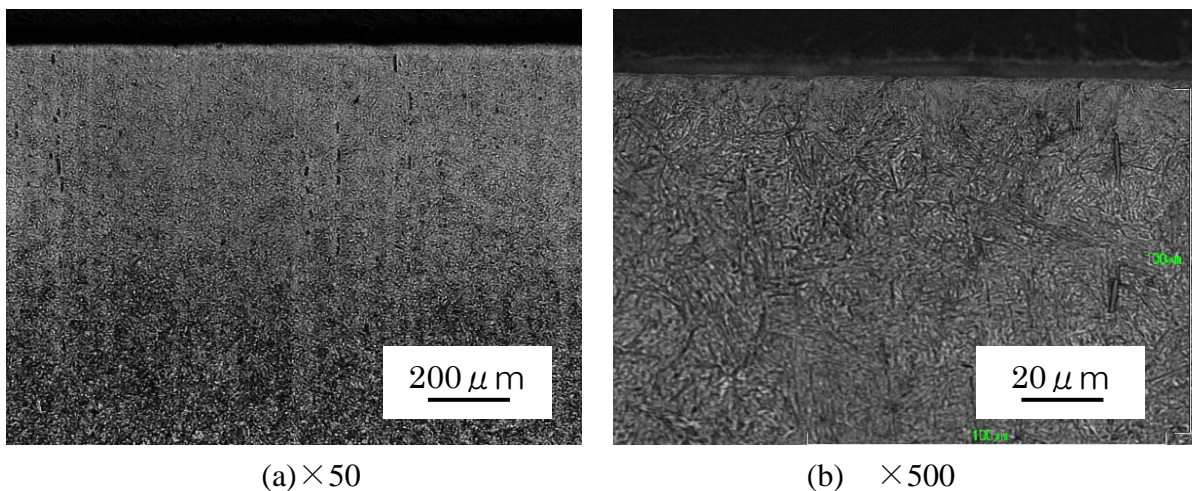


図 8 浸炭処理後の SCr420 試料の組織観察



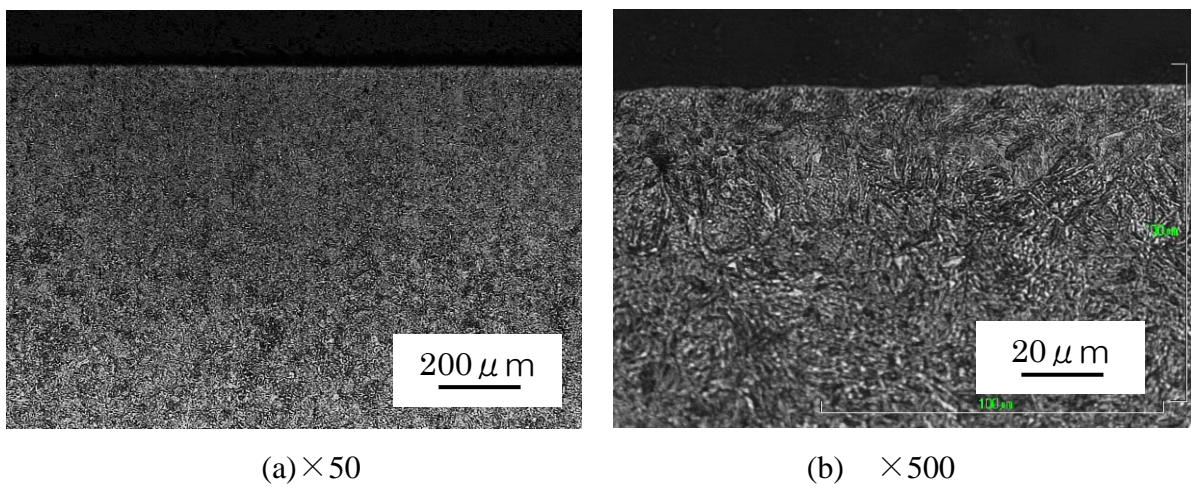


図9 浸炭+窒素イオン注入後(処理条件3)の SCr420 試料の組織観察

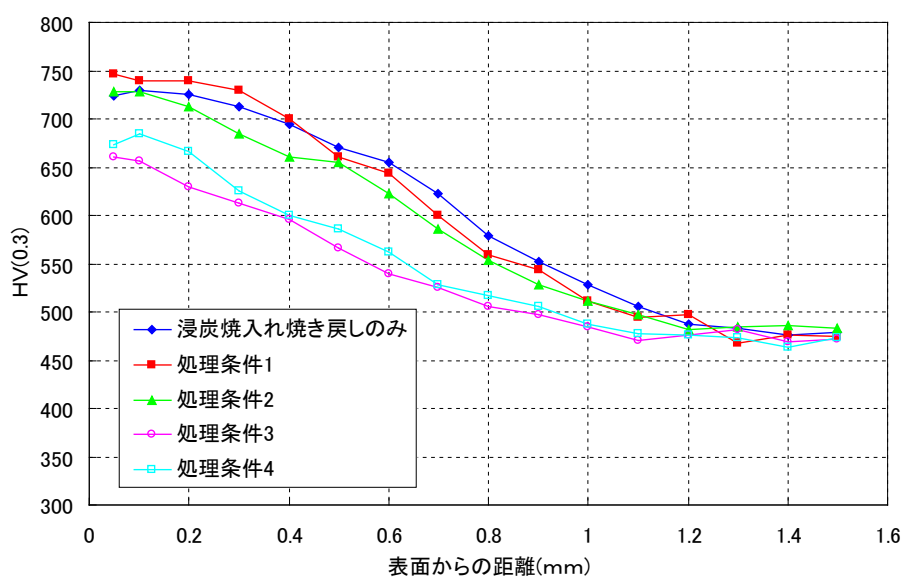


図10 イオン注入前後の表面硬さプロファイル比較

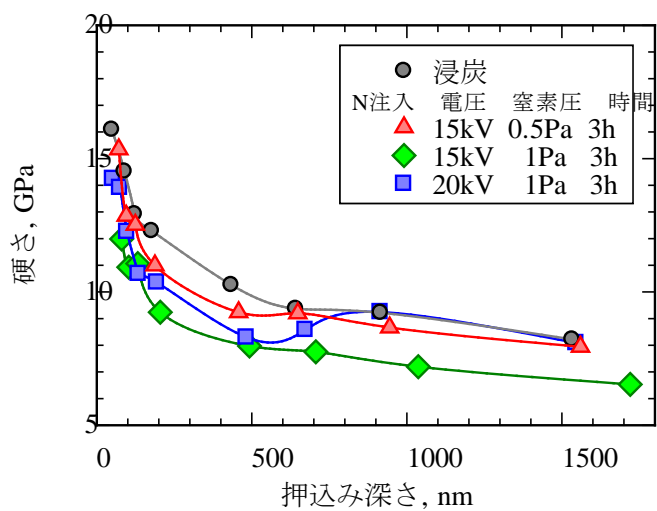


図11 超微小硬さ試験機による各押込み深さに対する表面硬さの変化



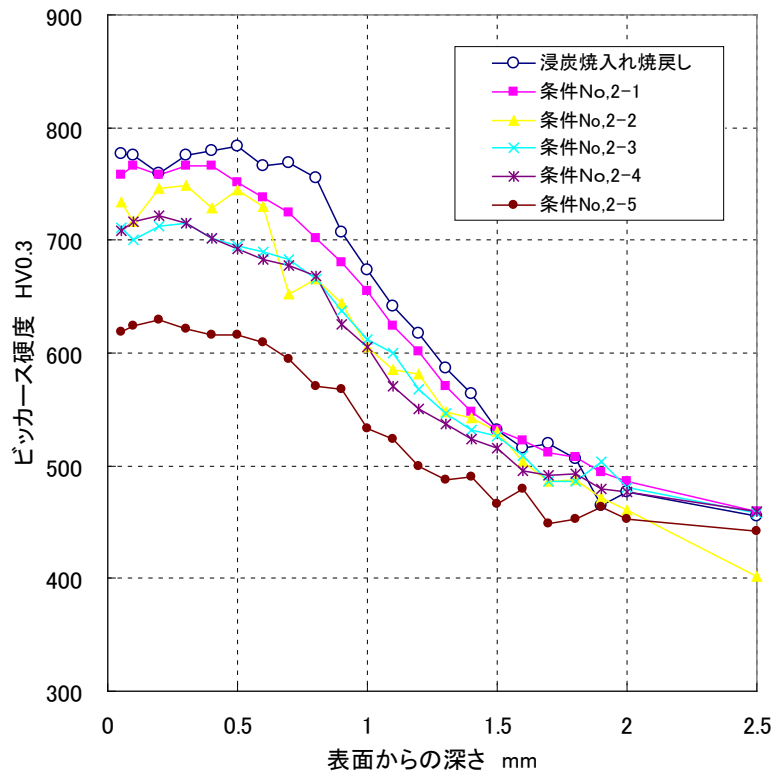


図 12 窒化処理後の歯車の硬さプロファイル

### (3) 摩擦特性および耐摩耗性の測定

各試料に関する摩擦摩耗試験結果を図 13 に、試験後の摩耗痕測定結果を図 14 に、摩擦摩耗特性のまとめを表 1 に示す。また、窒素イオン注入前後の試料の XPS 深さ分析結果を図 15 に示す。図 13、表 1 より、摩擦係数の変遷は処理前後を比較して概ね大差がなく、処理条件によっては 10%以上の摩擦係数向上が確認できた。また、図 14、表 1 より、PBII&D 処理により、比摩耗量も総じて向上していることが分かる。これらの結果は、PBII&D 処理により、浸炭処理の特性を損なうことなく、窒素イオン注入の効果を付与できることを意味する。図 15 より、窒素イオン注入深さは約 500nm 程度であり、従来の窒化処理と比べると十分な深さまで窒素イオンが注入されているとはいえない。一方、ローラーピッチング試験を行ったところ、窒素イオン注入を行うことで、高面圧時において剥離損傷に至るまでの繰返し数が向上することを確認した。駆動系部材は、摩擦特性、耐摩耗性とならびピッチング寿命も重要な特性として求められることから、窒素イオン注入深さが～500nm 程度であっても、注入処理を施すことで駆動系部材の総合的な特性向上を達成できると考えられる。今後は、①諸特性の損なうことなく、窒素イオン注入深さをいかにして稼ぐか、②～500nm 程度の窒素イオン注入深さであっても、十分な処理効果を得ることが出来る製品の顕在化、などの課題を念頭に置きつつ、本研究活動を展開する予定である。

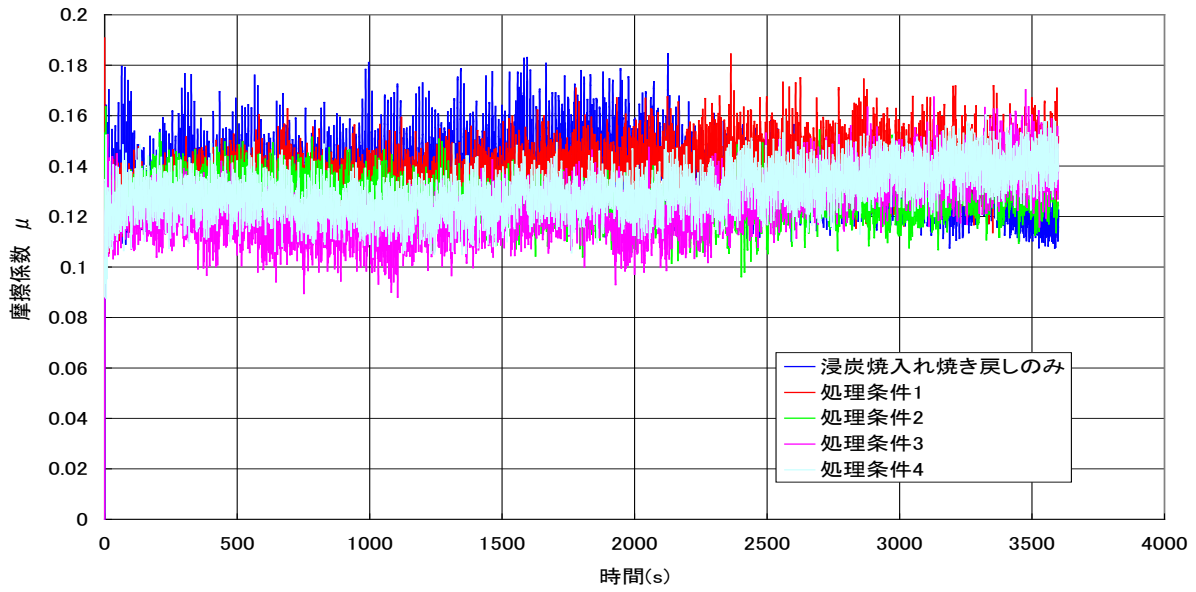


図 13 摩擦試験結果

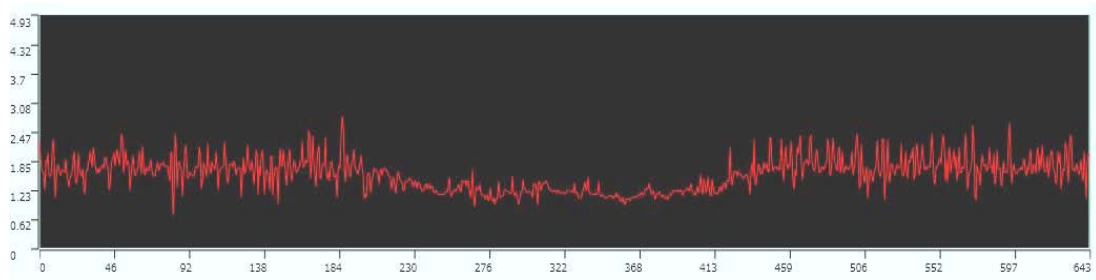


図 14 (a) 浸炭焼入れ焼戻しのみ試料の摩耗痕断面観察

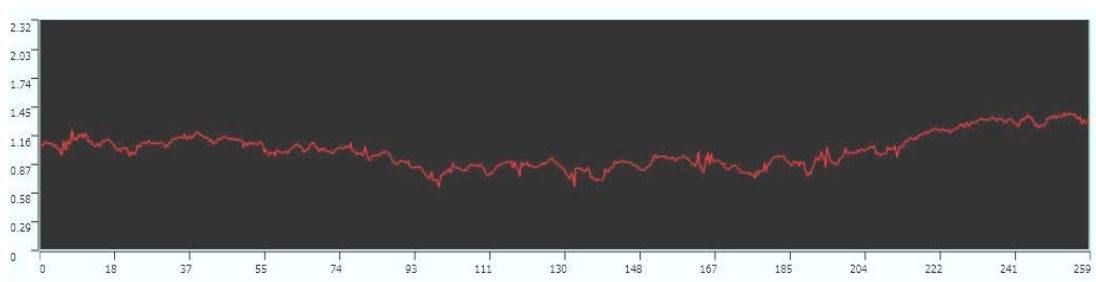


図 14 (b) 処理条件 3 試料の摩耗痕断面観察

表 1 各試験結果のまとめ

	処理条件				
	1	2	3	4	浸炭焼入れ焼戻しのみ
平均摩擦係数 $\mu_{ave}$	0.138	0.125	0.122	0.128	0.136
比摩耗量 ( $10^{-16} \text{m}^2/\text{N}$ )	6.44	5.91	4.41	4.99	6.44

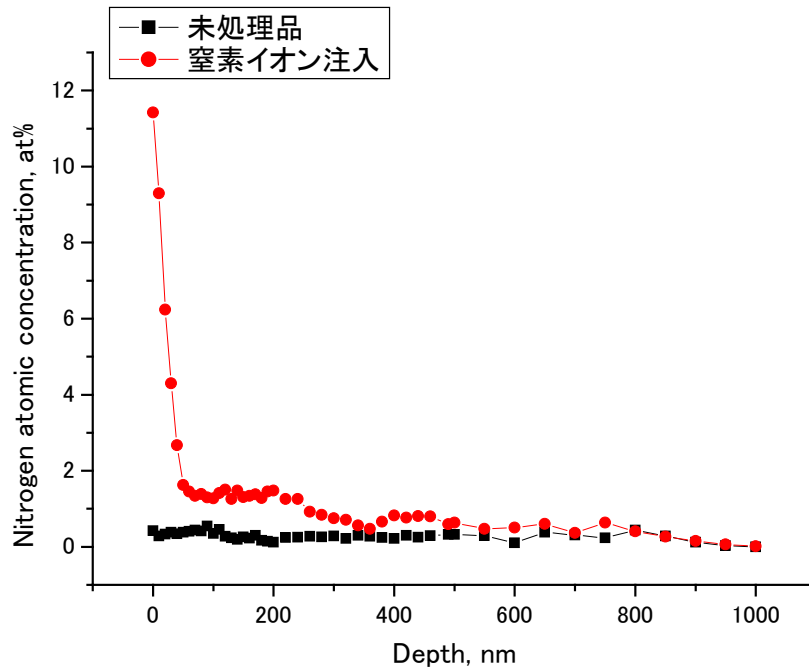


図 15 窒素イオン注入後の表面から深さ方向の炭素，窒素，酸素濃度プロファイル

### 1-3-2 金属繊維編成用編針のための DLC 膜

近年，金属・セラミック繊維を用いた編物の需要が高まりつつある。編物は，織物と比較して柔軟性(変形性)や強度などの点で優位であり，洗浄することで繰り返し使える編物フィルターやコンクリート用の内部補強材など，各種産業製品に適用し得る素材として開発が進められている。しかし，通常金属・セラミック繊維編成時は普通糸用の編針が用いられるため，編針の摩耗が激しく，頻繁に数百本の編針を交換する必要がある。そのため，編成にあたり十分な耐摩耗性を有する編針の登場が期待されている。そこで本研究開発では，編針表面に対して PBII&D 法を用いて DLC を成膜し，適用の可能性について検討した。

#### (1) DLC 膜外観におよぼす処理条件の影響

金属繊維編成用編針に対して，いくつかの PBII&D 処理条件をパラメータとして DLC を成膜し，膜の機械的特性および外観について検討した。DLC 膜のインデンテーション硬さ，密着力におよぼす成膜圧力の影響を図 16 に示す。成膜圧力が低いほど，硬さ，密着力ともに高い値で安定することがわかる。成膜圧力が 0.1Pa, 0.7Pa, 5.0Pa の時の編針外観観察像を図 17 に示す。成膜圧力の低下に伴い，編針の形状に沿ってむらなく DLC が成膜できることがわかる。そこで DLC 膜の水素濃度を弾性

反跳検出分析(Elastic Recoil Detection Analysis; ERDA)により測定したところ、成膜圧力の低下に伴い DLC 膜中の水素濃度が低下することを確認した。成膜圧力が高い場合、 $C^+$ 、 $CH_x^+$ などの比較的重いプラズマイオンは、プラズマ雰囲気中の別のイオンに弾き飛ばされやすいため、イオン注入効果は得られにくくなる。その結果、イオン注入層の薄化が促進し、密着力が低下したと考えられる。一方、プラズマ雰囲気中の $H^+$ イオンは比較的イオン注入効果が得られやすいため、結果として相対的に水素濃度が増加したと考えられる。また、DLC 膜中の水素は、結合の終端を閉じベンゼン環構造の整列性に寄与することから、水素濃度の増加に伴って DLC 膜の  $sp^2$  成分の増加し、膜の硬さが低下したと考えられる。

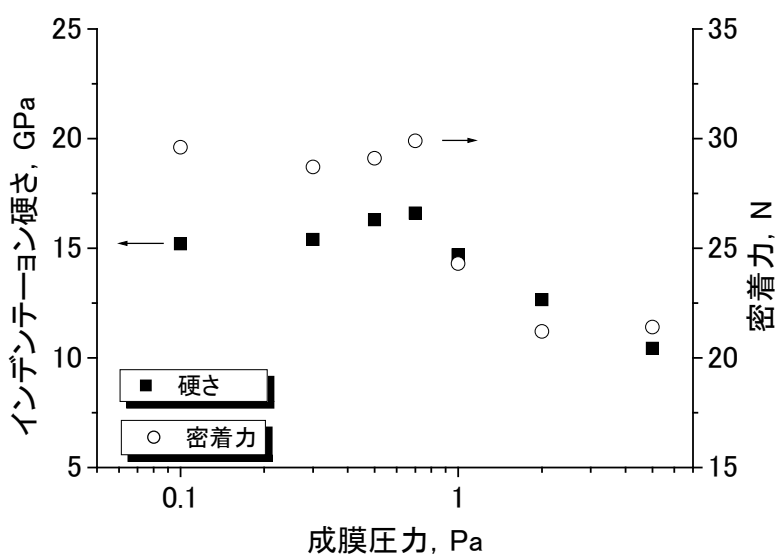


図 16 DLC 膜のインデンテーション硬さ、密着力におよぼす成膜圧力の影響

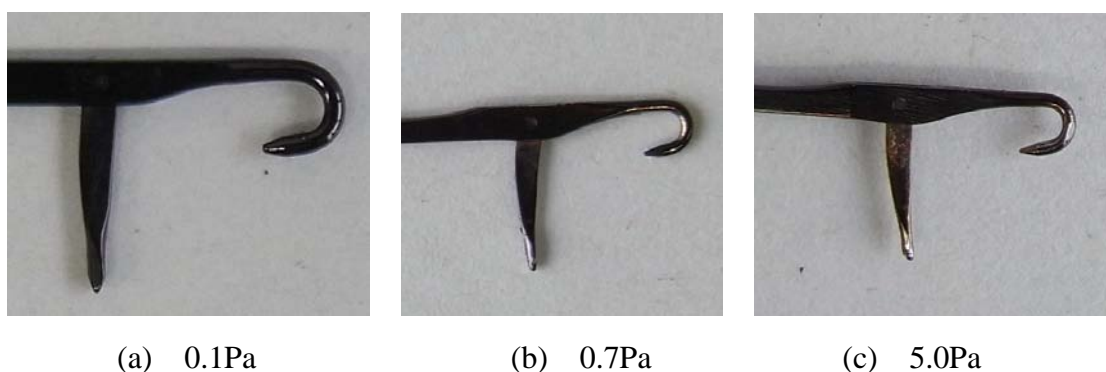
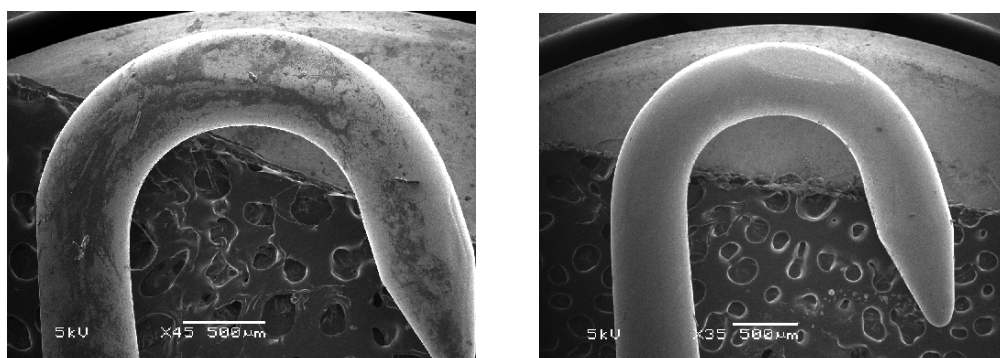


図 17 DLC 成膜後の編針の外観観察像

## (2) 編成試験後の編針表面の観察

編針に DLC 膜を成膜する際に、特に重要となるのはフック(hook)およびベラ(wing)

である。フックは、編成時に金属繊維と常に接触摺動する部分であり、耐摩耗性が要求される。ペラは、編成時の金属繊維の導入出の際に常に開閉する部分であり、やはり耐摩耗性が要求される。編成試験後の未処理編針および DLC 成膜編針の観察像を図 18 に示す。未処理編針と比較して、DLC 成膜編針はほとんど摩耗していないことがわかる。PBII&D 法の場合はイオン注入成膜となるため、編針と DLC 膜の界面にはイオン注入層が存在する。この注入層の存在は DLC 膜の密着性の向上を促すことから、編成試験時の編針の変形に DLC 膜が追従し、十分な表面保護効果を確保できたと考えられる。



(a)未処理編針

(b)DLC 成膜編針

図 18 編成試験後の編針の観察像

#### 1-4 プロジェクトの管理・運営

事業管理者・地方独立行政法人東京都立産業技術研究センターにおいて、本プロジェクトの管理を行った。プロジェクトの研究経緯と成果について取りまとめ、成果報告書を作成した。本研究の実用化に向けた到達の度合いを検証するとともに、事業化に向けての課題等について研究実施者と調整を行った。再委託先事業者が作成する証憑書類について、指導・確認を行った。研究開発推進委員会を設置し、必要に応じて委託契約期間内に委員会を開催した。

##### 【当該研究開発の連絡窓口】

地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター

開発本部 開発企画室 小林 英二

住所：〒135-0064 東京都江東区青海 2-4-10

電話：03-5530-2528

FAX：03-5530-2458