

【公開版】

令和元年度
戦略的基盤技術高度化・連携支援事業
戦略的基盤技術高度化支援事業

「高荷重下摺動部品に適用可能な優れた潤滑性と耐摩耗性を発揮する
機能性粒子担持融合めっき技術の開発」

研究開発成果等報告書

令和2年5月

担当局 近畿経済産業局
補助事業者 一般財団法人大阪科学技術センター

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	3
1.1.1 研究開発の背景	3
1.1.2 研究目標	3
1.1.3 実施内容	4
1.2 研究体制	6
1.2.1 研究組織（全体）	6
1.2.2 管理体制	6
1.2.3 管理員、研究員及び補助員	8
1.2.4 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名	9
1.2.5 研究開発推進委員会 委員・アドバイザー・オブザーバー	10
1.3 成果概要	11
1.4 当該研究開発の連絡窓口	13
第2章 本論	14
2.1 機能性粒子を含有した融合めっき皮膜形成技術の開発	14
2.1.1 硬質粒子とめっき皮膜の組み合わせによる潤滑特性評価	14
2.1.2 軟質粒子とめっき皮膜の組み合わせによる潤滑特性評価	15
2.1.3 評価試験前後の各めっき皮膜の表面・断面解析	16
2.2 実用化に向けためっきプロセスの開発	21
2.2.1 機能性粒子径のバラつき精度 UP 方法の確立による品質安定化	21
2.2.2 品質特性と粒子分布密度の関係の調査および 分布密度調整可能なめっき方法の確立	23
2.2.3 最終仕上げ研磨工法の確立	23
2.2.4 融合めっき皮膜の性能評価	25
2.3 融合めっき皮膜の量産技術の確立	31
2.3.1 量産めっき装置の開発	31
2.3.2 量産めっき治具の開発	31
2.4 融合めっき皮膜を用いた新すべり軸受の評価	33
2.4.1 融合めっき皮膜の性能評価試験	33
最終章 全体総括	34
●複数年の研究開発成果	34
●研究開発後の課題	34
●事業化展開	34

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

冷凍空調用圧縮機の冷媒は、HFCからCO₂へ転換の必要が生じており、それに伴い摺動部材は、高荷重下での摺動部の耐摩耗性向上と、低摩擦化が求められている。

また、地球温暖化防止のため、冷凍空調用ロータリ圧縮機（以下、圧縮機と表記する）に使われるフロン系冷媒 HFC の生産量を 2036 年までに 85%削減することと、2015 年のパリ協定の結果を受けて、政府は温室効果ガス排出量の 26%削減を 2030 年までに取り組むことを決定した。このことから、各メーカーは製品に使われる摺動部品の摩擦係数を下げることや、圧縮機の冷媒をフロン系 HFC から CO₂ に変換することが必要になり、対応が求められている。摺動部品は自動車や電子・電気製品に多く使われており、自動車では国内だけでも年間約 8 兆円規模の大きな市場である。また、圧縮機軸受の摩擦係数を半分に下げることによって、CO₂ 排出量は年間 36 万トン削減されると算出されている。

1.1.2 研究目標

今回テーマとする融合めっき皮膜は、真空法で行う DLC 皮膜と湿式法で行う複合めっきの両方の特性を兼ね備えた融合（ハイブリッド）めっき皮膜である。この新技術は、基材に高硬度粒子や潤滑粒子といった機能性粒子を固定する層と、固定層の上に被覆する最表面皮膜から成る構造であり、このような発想で開発されためっき技術はこれまでに発表されていない。

このめっき技術の設計工法を確立すると、今後、摺動部品の耐摩耗性の向上をはじめ、数々の機能部材の用途の新しい開発に貢献できると考えられる。

本研究開発では、DLC皮膜と複合めっきの両方の特性を融合した“融合めっき”技術を高度化させ、使用条件に合った最適なめっき皮膜の設計工法を確立することで、圧縮機メーカーの要請に応えることを目的とする。

本事業の開発は高荷重下で使用できる圧縮機軸受けの融合めっき皮膜開発を目的として、最適な粒子と皮膜の組み合わせ、粒子の分布密度の調整技術の確立、最適な研磨工法の確立、量産技術の確立を検討して、荷重 30N、回転数 300～1000rpm、オイル環境下で摩擦係数

0.05 以下を達成し、実装試験で性能を証明することとした。

本事業で提案する融合めっきを、圧縮機軸受けに適用し、高荷重条件に適応させる場合の、従来技術と新技術（融合めっき）の比較を図 1.1.1 に示す。

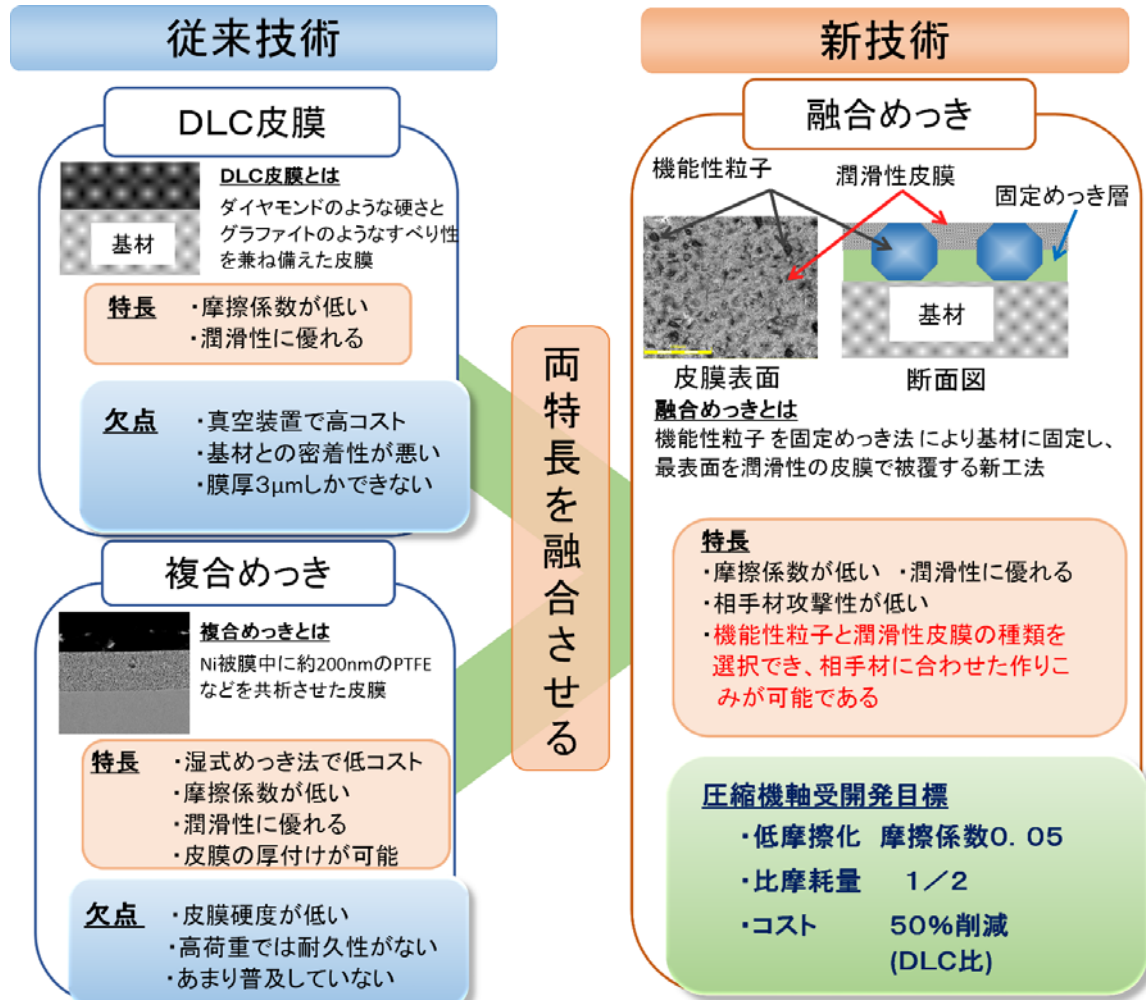


図 1.1.1 従来技術と新技術（融合めっき）との比較

1.1.3 実施内容

(1) 機能性粒子を含有した融合めっき皮膜形成技術の開発

(1.1) 硬質粒子とめっき皮膜の組み合わせによる潤滑特性評価

（担当：帝国イオン株式会社、大阪産業技術研究所）

目標：相手の材質に合った粒子とめっき皮膜の最適な組み合わせの選定

(1.2) 軟質粒子とめっき皮膜の組み合わせによる潤滑特性評価

（担当：帝国イオン株式会社、大阪産業技術研究所）

目標：相手の材質に合った粒子とめっき皮膜の最適な組み合わせの選定

(1.3) 評価試験前後の各めっき皮膜の表面・断面解析（担当：産業技術総合研究所）

目標：摩耗試験後の各めっき皮膜と相手材の表面解析

(2) 実用化に向けためっきプロセスの開発

(2.1) 機能性粒子径のバラつき精度 UP 方法の確立による品質安定化

（担当：帝国イオン株式会社）

目標：粒子分級後のバラつきを $\pm 10\%$ 以内

(2.2) 品質特性と粒子分布密度の関係の調査および分布密度調整可能なめっき方法の確立

（担当：帝国イオン株式会社）

目標：粒子の分布密度を制御できること

20 μm の粒子の配列を可能とすること

(2.3) 最終仕上げ研磨工法の確立（担当：帝国イオン株式会社）

目標：表面粗さ Ra0.07 μm 以下

指定加工寸法 $\pm 0.005\text{mm}$ 以内

(2.4) 融合めっき皮膜の性能評価（担当：帝国イオン株式会社、大阪産業技術研究所）

目標：相手の材質に合った粒子径と密度の関係を明らかにして性能グラフを作成する

(3) 融合めっき皮膜の量産技術の確立

(3.1) 量産めっき装置の開発（担当：帝国イオン株式会社）

目標：最大外径 $\phi 100 \times$ 最大長さ 150mm までの軸受へのめっき処理が可能なめっき槽
の設計・導入を行い、1 サイクル 2 時間以内の加工時間を目指す

(3.2) 量産めっき治具の開発（担当：帝国イオン株式会社）

目標：最大外径 $\phi 100 \times$ 最大長さ 150mm までの軸受へのめっき処理が可能な内径用
めっき治具の設計・導入を行い、1 サイクル 3 個同時生産を目指す

(4) 融合めっき皮膜を用いた新すべり軸受の評価

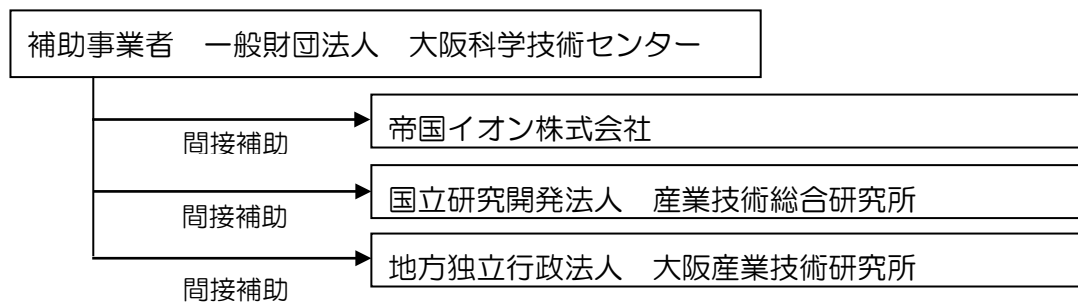
(4.1) 融合めっき皮膜を用いた新すべり軸受の評価（担当：帝国イオン株式会社）

目標：荷重 30N、回転数 300～1000rpm、給油環境下で摩擦係数 0.05 以下

(5) プロジェクトの管理・運営（担当：一般財団法人大阪科学技術センター）

1.2 研究体制

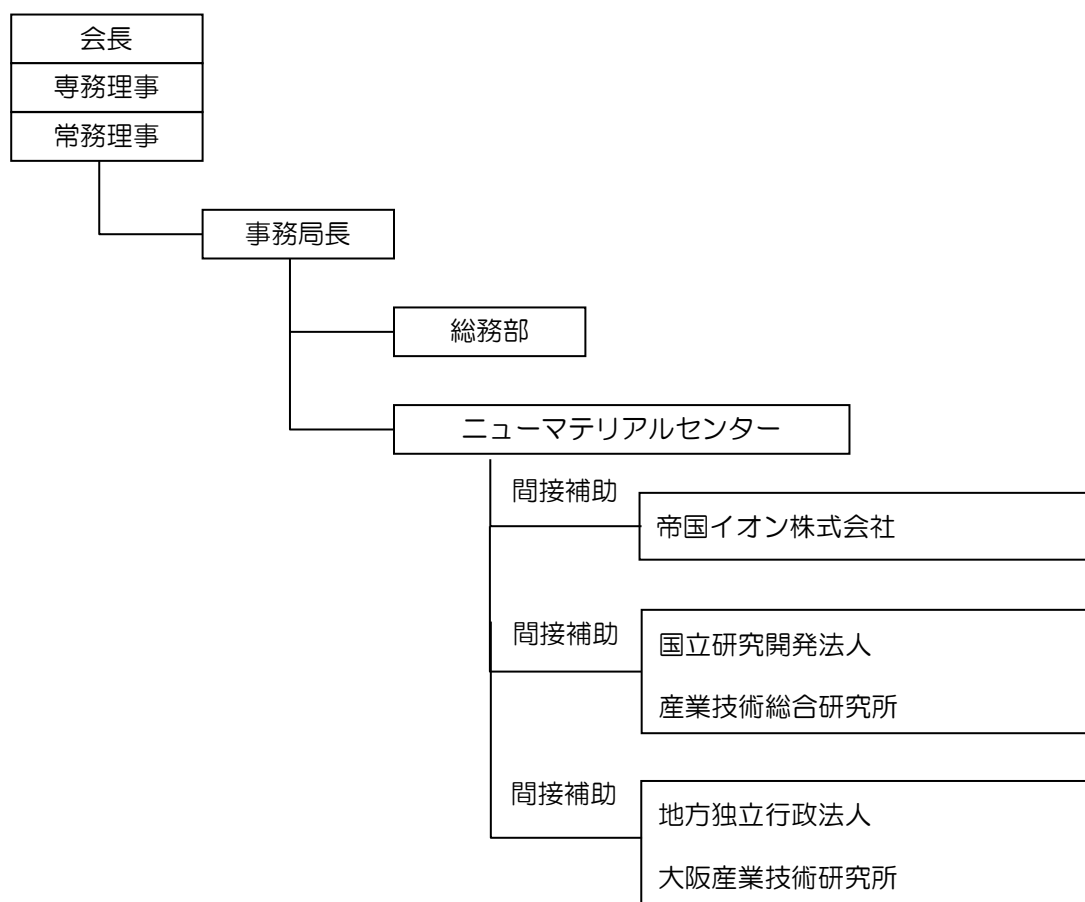
1.2.1 研究組織（全体）



1.2.2 管理体制

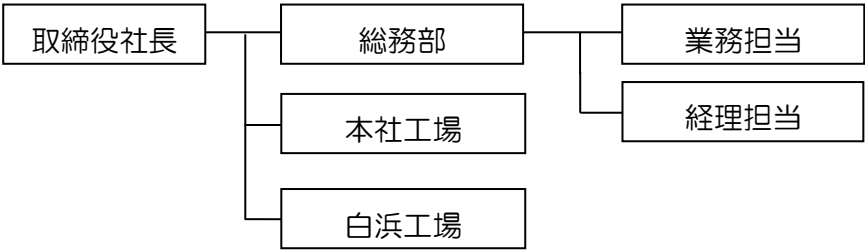
①事業管理機関

一般財団法人 大阪科学技術センター

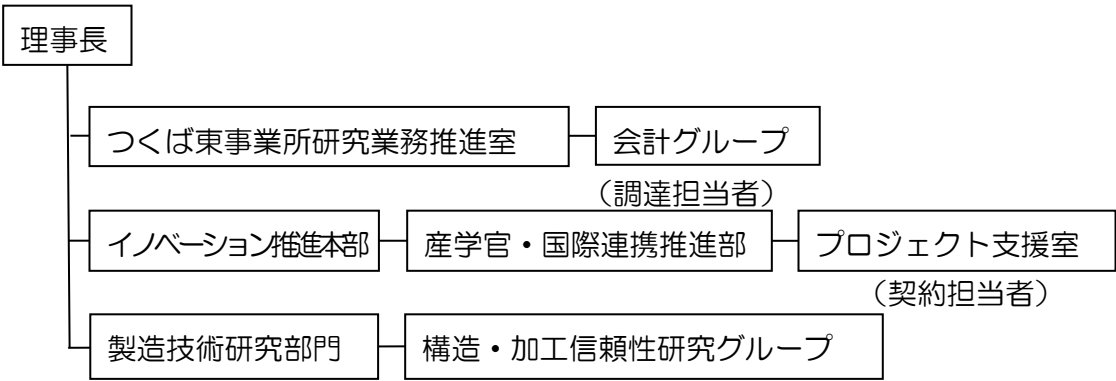


②間接補助事業者

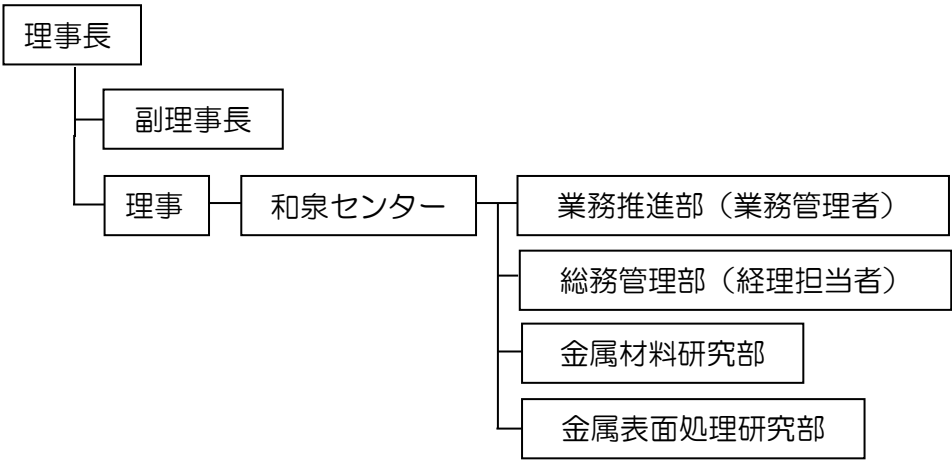
帝国イオン株式会社



国立研究開発法人 産業技術総合研究所



地方独立行政法人 大阪産業技術研究所



1.2.3 管理員、研究員及び補助員

【補助事業者】一般財団法人 大阪科学技術センター

管理員

氏 名	所属・役職
金子 輝雄	ニューマテリアルセンター 主席調査役
八尾 秀樹	ニューマテリアルセンター 総括部長
袖岡 牧子	ニューマテリアルセンター

補助員

氏 名	所属・役職
森 知佐子	ニューマテリアルセンター

【間接補助事業者】

研究員

帝国イオン株式会社

氏 名	所属・役職
◎中村 孝司	代表取締役社長
北條 将史	本社工場 生産計画課 開発部 主任研究員
川脇 拓哉	本社工場 生産計画課 開発部 研究員
中村 綾佑	本社工場 生産計画課 開発部 研究員
寺下 光彦	白浜工場 製造課 課長
川上 佳信	本社工場 工場長
合田 博光	本社工場 生産計画課 課長

(注) ◎プロジェクトリーダー

国立研究開発法人 産業技術総合研究所

氏 名	所属・役職
松崎 邦男	エレクトロニクス・製造領域 製造技術研究部門 構造・加工信頼性研究グループ・上級主任研究員
原田 祥久	エレクトロニクス・製造領域 製造技術研究部門 構造・加工信頼性研究グループ・グループ長
名越 貴志	エレクトロニクス・製造領域 製造技術研究部門 構造・加工信頼性研究グループ・研究員

地方独立行政法人 大阪産業技術研究所

氏 名	所属・役職
○道山 泰宏	金属材料研究部 主任研究員
中出 卓男	金属表面处理研究部 部長
長瀧 敬行	金属表面处理研究部 主任研究員
林 彰平	金属表面处理研究部 研究員

(注) ○サブリーダー

1.2.4 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

(補助事業者)

一般財団法人 大阪科学技術センター

(経理担当者)	総務部 調査役	木村 和代
(業務管理者)	ニューマテリアルセンター主席調査役	金子 輝雄

(間接補助事業者)

帝国イオン株式会社

(経理担当者)	総務部	内藤 栄俊
(業務管理者)	総務部	内藤 栄俊

国立研究開発法人 産業技術総合研究所

(調達担当者)	研究業務推進室 会計グループ	中田 功一
(契約担当者)	プロジェクト支援室	片岡 寛彬

地方独立行政法人 大阪産業技術研究所

(経理担当者)	経営企画本部 総務管理部	賀川 直敏
(業務管理者)	経営企画本部 業務推進部	宮崎 克彦

1.2.5 研究開発推進委員会 委員・アドバイザー・オブザーバー

	氏名	所属
委員長	中村 孝司	帝国イオン(株) 代表取締役社長
副委員長	道山 泰宏	(地独)大阪産業技術研究所 金属材料研究部 主任研究員
委員	川上 佳信	帝国イオン(株) 本社工場長
委員	川脇 拓哉	帝国イオン(株) 本社工場 生産計画課 開発部 研究員
委員	合田 博光	帝国イオン(株) 本社工場 生産計画課 課長
委員	寺下 光彦	帝国イオン(株) 白浜工場 製造課 課長
委員	内藤 栄俊	帝国イオン(株) 総務部
委員	中村 綾佑	帝国イオン(株) 本社工場 生産計画課 開発部 研究員
委員	北條 将史	帝国イオン(株) 本社工場 生産計画課 開発部 研究員
委員	名越 貴志	(国研)産業技術総合研究所 構造・加工信頼性研究グループ 研究員
委員	原田 祥久	(国研)産業技術総合研究所 構造・加工信頼性研究グループ グループ長
委員	松崎 邦男	(国研)産業技術総合研究所 構造・加工信頼性研究グループ 上級主任研究員
委員	長瀧 敬行	(地独)大阪産業技術研究所 金属表面処理研究部 主任研究員
委員	中出 卓男	(地独)大阪産業技術研究所 金属表面処理研究部 部長
委員	林 彰平	(地独)大阪産業技術研究所 金属表面処理研究部 研究員
アドバイザー	浅井田 康浩	パナソニック(株) マニュファクチャリングイノベーション本部 マニュファクチャリングソリューションセンター
アドバイザー	二階堂 祥雄	(株)椿本チエイン 京田辺工場 チェーン製造事業部
アドバイザー	鈴木 孝和	鈴木技術コンサル事務所
アドバイザー	峠 直樹	(公財)佐賀県地域産業支援センター知財支援室
アドバイザー	加藤 暢宏	学校法人近畿大学 生物理工学部 教授
アドバイザー	池田 順治	国立大学法人大阪大学大学院工学研究科 特任教授
アドバイザー	蒲 隆弘	(株)クボタ 研究開発本部 マテリアルセンター マテリアル開発グループ シニアエキスパート
オブザーバー	山中 義文	(独)中小企業基盤整備機構 近畿本部 チーフアドバイザー
事務局	金子 輝雄	(一財)大阪科学技術センター ニューマテリアルセンター
事務局	八尾 秀樹	(一財)大阪科学技術センター ニューマテリアルセンター
事務局	袖岡 牧子	(一財)大阪科学技術センター ニューマテリアルセンター

1.3 成果概要

(1) 機能性粒子を含有した融合めっき皮膜形成技術の開発

(1.1) 硬質粒子とめっき皮膜の組み合わせによる潤滑特性評価

- Ni めっきによるダイヤモンド粒子の基材への保持力を調査し、基材にダイヤモンド粒子を強固に固定する Ni めっき条件を見出した。
- ダイヤモンド粒子を含有した融合めっき皮膜の作製技術を確立した。

(1.2) 軟質粒子とめっき皮膜の組み合わせによる潤滑特性評価

- PTFE 粒子をめっき液中に分散させる方法を確立し、PTFE 粒子を含有した融合めっき皮膜の作製技術を確立した。

(1.3) 評価試験前後の各めっき皮膜の表面・断面解析

- ブロックオンリング方式での皮膜評価を行い、融合めっきを用いた摺動部材の最適な組み合わせ（最表面皮膜-無電解 Ni-P めっき、機能性粒子-ダイヤモンド、相手材-Cr めっき）を見出した。
- 往復摺動方式での皮膜評価も行い、上記組み合わせの有効性を確認した。
- 上記組み合わせでブロックオンリング方式にて摩擦摩耗試験を行った後の試料および摩耗粉の XPS 測定を行い、摩耗粉中にグラファイト構造の C が含まれることを確認できた。

(2) 実用化に向けためっきプロセスの開発

(2.1) 機能性粒子径のバラつき精度 UP 方法の確立による品質安定化

- ダイヤモンド粒子、PTFE 粒子について、狙いの平均粒子径を得られ、かつシャープな粒度に分級する技術を確立した。
- 融合めっきに適した形状のダイヤモンド粒子を探索することができ、これを使用することとした。

(2.2) 品質特性と粒子分布密度の関係の調査および分布密度調整可能なめっき方法の確立

- 粒子を配列するためのパターンの形成方法や、粒子を固定するための最適なめっき条件を見出し、安定的に再現性のある融合めっき皮膜を作製する技術を確立した。
- これにより、融合めっき皮膜において粒子分布密度や配列パターンを制御することが可能となった。

(2.3) 最終仕上げ研磨工法の確立

- ・融合めっきの最表面皮膜や機能性粒子の研削性を調査し、目標の寸法公差 $\pm 0.005\text{mm}$ 、表面粗さ $Ra0.07\mu\text{m}$ 以下に仕上げ研磨する技術を確立した。
- ・融合めっきの研削に適した粒度、密度の研削工具を調査し見出した。さらに摺動特性が得られる最小研削量を見出すことで研削時間を短縮することができた。

(2.4) 融合めっき皮膜の性能評価

- ・ブロックオンリング方式での評価を行い、融合めっき皮膜のストライバック曲線を作成した。いずれの条件でも摩擦係数 0.05 以下を維持し、本事業の目標を達成することができた。ピンオンディスク方式や往復摺動方式による粒子を配列した融合めっき皮膜の性能評価においても、480N 高荷重条件で摩擦係数が 0.05 以下であった。
- ・ピンオンディスク方式の 100 時間の耐久試験でも摩擦係数は 0.05 以下を維持し、試験後のディスクおよびピンはほとんど摩耗しなかった。
- ・ピンオンディスク方式にて摩擦摩耗試験を行った後の試料および摩耗粉の XPS 測定を行った。ピンオンディスク方式では、摩耗粉中にグラファイト構造の C は含まれていないことを確認した。

(3) 融合めっき皮膜の量産技術の確立

(3.1) 量産めっき装置の開発

- ・融合めっき皮膜の量産用設備の作製と導入を行った。

(3.2) 量産めっき冶具の開発

- ・軸にダイヤモンドを固定するためのダイヤモンド電着槽を作製し、最大外径 $\phi 100\text{mm}$ × 最大長さ 150mm の軸を 4 本同時、1 サイクル 2 時間以内でのめっきが可能となった。

(4) 融合めっき皮膜を用いた新すべり軸受の評価

- ・P 社の評価試験機で、融合めっきした軸の性能評価試験を実施した。結果、融合めっきは現行品と比較して摩擦係数が 1/2 であった。
- ・上記試験で良好な結果が出たため、追加試験として P 社の実装向け評価試験機による評価を実施した。融合めっきは、境界潤滑域において摩擦係数が現行品の 1/8 であり、

省エネ効果が期待できることを数値で実証できた。

(5) プロジェクトの管理・運営

- 3 年間の事業期間中に研究開発推進委員会を定期的を開催（計 8 回）することで、研究開発全体の進捗具合の把握と調整を行った。

1.4 当該研究開発の連絡窓口

〒550-0004 大阪市西区靱本町1丁目8番4号

一般財団法人大阪科学技術センター ニューマテリアルセンター

TEL: 06-6443-5326 FAX: 06-6443-5310

八尾秀樹（yao@ostec.or.jp）

袖岡牧子（sodeoka@ostec.or.jp）

第2章 本論

2.1 機能性粒子を含有した融合めっき皮膜形成技術の開発

本事業のテーマである融合めっきは、摺動部品の耐摩耗性の向上をはじめ、数々の機能部材の用途の新しい開発に貢献できると考えており、この粒子を含んだめっき技術の設計工法を確立する。

2.1.1 硬質粒子とめっき皮膜の組み合わせによる潤滑特性評価

融合めっきを作製するには、機能性粒子を基材に固定する方法と、機能性粒子を埋め込むめっき条件を調査する必要性がある。

(1) ダイヤモンド粒子を含有した融合めっきの作製

機能性粒子を基材に固定する方法として、Ni めっき液に粒子を分散させて基材に粒子を固定させる保持力を調査した。その結果、電流密度による保持力への影響は見られなかった。固定めっきの膜厚は、固定めっき後、超音波で調査し、図 2.1.1 より 5 μ m にすることで十分な保持力を得られることがわかった。

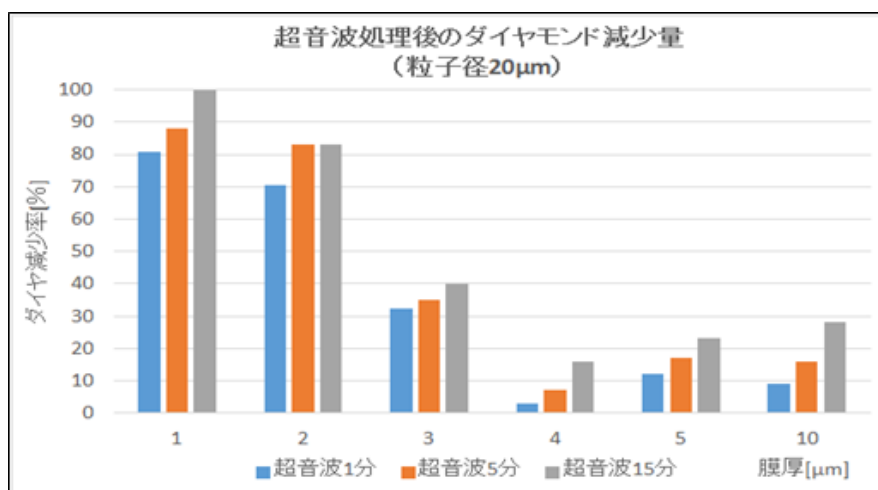


図 2.1.1 電解時間の変化によるダイヤモンド保持力の変化

めっき浴成分および添加剤が保持力に及ぼす影響について調査を行った。各結果より、めっき浴中 Ni 塩濃度の変化によるダイヤモンド粒子の保持力への影響はほとんどないことがわかった (図 2.1.2)。

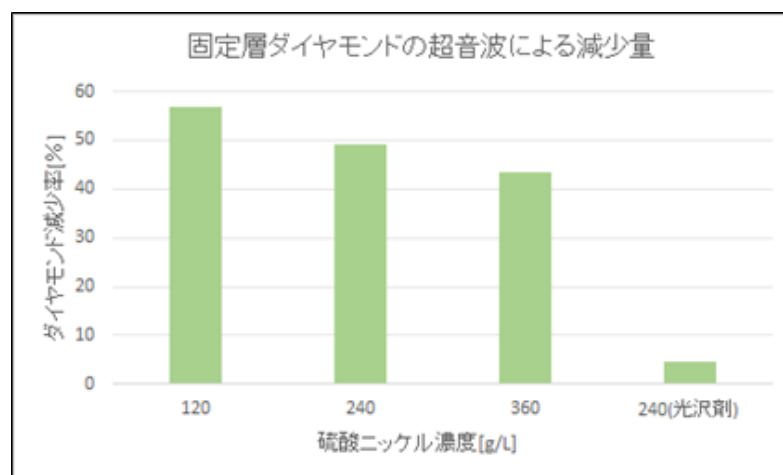


図 2.1.2 硫酸 Ni 濃度の変化によるダイヤモンド保持力の変化

添加剤有りの場合、添加剤を加えない標準浴で処理した試験片よりも、ダイヤモンドの脱落が大きく減少した、図 2.1.3 に超音波試験前後の試験片表面の観察画像を示す。添加剤を添加することによってめっき皮膜によるダイヤモンド保持力が向上することがわかった。

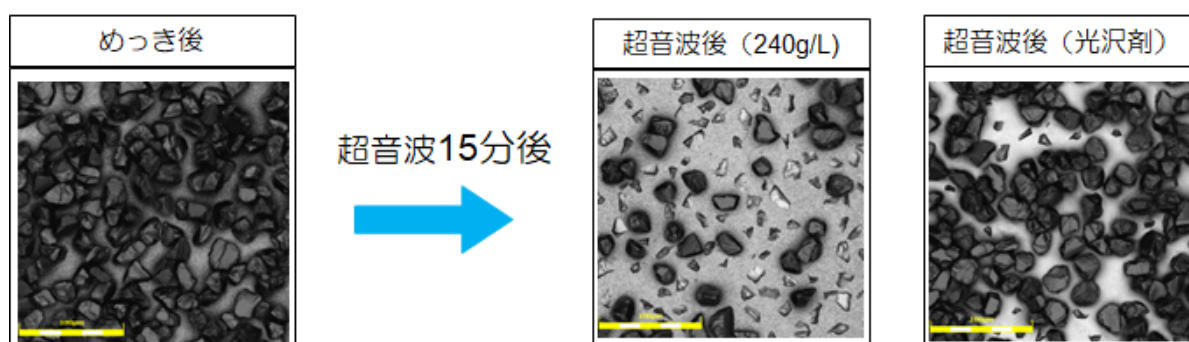


図 2.1.3 添加剤有無試験片の超音波試験後の表面観察画像

2.1.2 軟質粒子とめっき皮膜の組み合わせによる潤滑特性評価

(1) PTFE 粒子を含有した融合めっきの作製

PTFE 粒子の融合めっきを作製するには、めっき液中に PTFE 粒子を分散させる必要がある。このため、界面活性剤による PTFE 粒子の分散性について調査した。その結果、界面活性剤をめっき液に入れることで、PTFE 粒子は均一に分散し、固定めっきが可能となることがわかった。

PTFE 粒子の水溶液への分散が可能となったため、実際に Ni めっき浴（ワット浴）に投入し、5 種類の融合めっきを行い、それぞれ作製可能であることを確認した（図 2.1.4）。

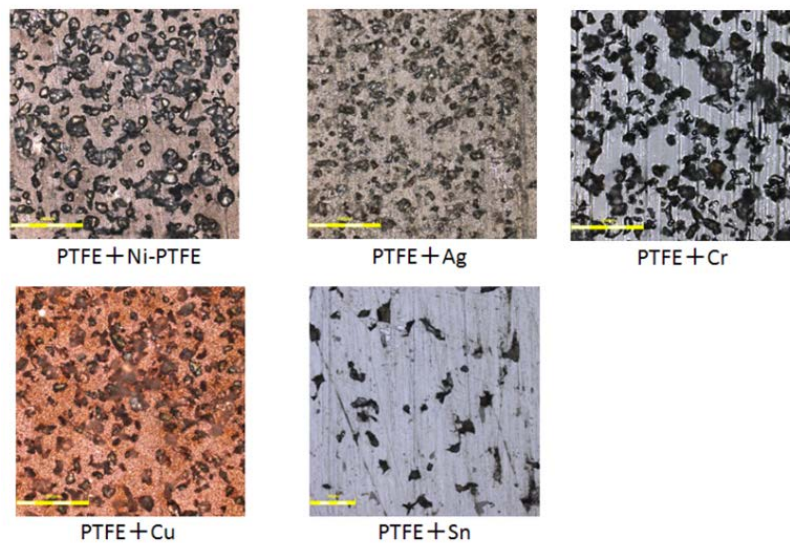


図 2.1.4 PTFE 粒子を用いた融合めっき各種皮膜表面

(2) 黒鉛粒子を含有した融合めっきの作製の検討

黒鉛についても、めっき液中に均一に分散させることができた。しかし、固定めっき工程において黒鉛自身が導電性を持つため、基材と接触することで黒鉛粒子上にめっきが析出し、さらに黒鉛同士が凝集した状態でめっきされるため、均一な融合めっきを得ることができなかった（図 2.1.5）。

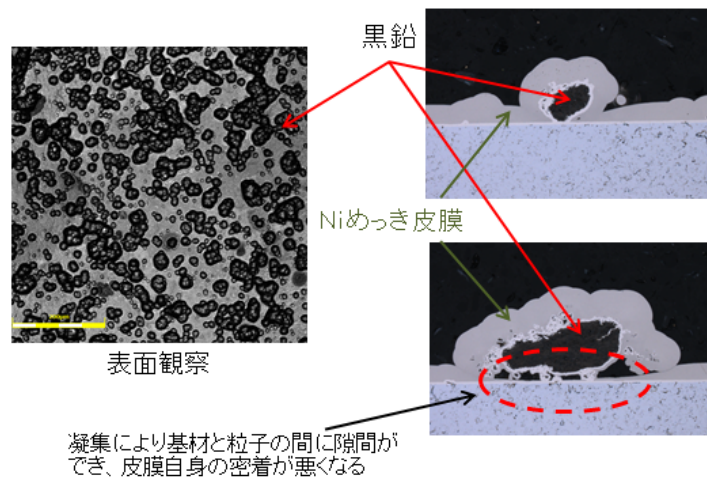


図 2.1.5 黒鉛粒子の Ni めっきによる電着後表面および断面

2.1.3 評価試験前後の各めっき皮膜の表面・断面解析

(1) ブロックオンリング方式の摩擦摩耗試験による評価

ブロックオンリング方式の摩擦摩耗試験機（図 2.1.6）により、融合めっき皮膜と相手材

【公開版】

の評価試験を行った。試験条件は荷重：30N 回転数：300rpm 試験時間：900sec、潤滑環境：オイル・ドライである。その結果、機能性粒子をダイヤモンドとし、最表面皮膜が電気 Ni、無電解 Ni-P または Cr めっきのそれぞれの融合めっきと、Cr めっきした鋳鉄の相手材との組み合わせが本事業の目標値である摩擦係数 0.05 以下を示した（図 2.1.7、図 2.1.8、表 2.1.1）。

3 種類の融合めっきの中から、最表面皮膜は研削工程において優位性のある無電解 Ni-P めっき皮膜が良好と判断した。（研削については 2.2.3 に詳細を示す）

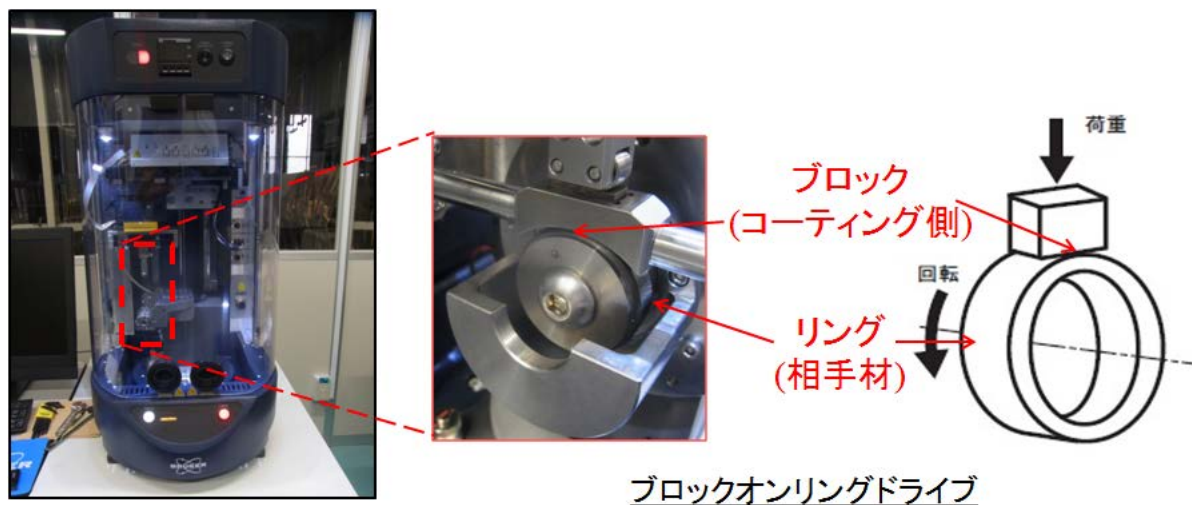


図 2.1.6 ブロックオンリング方式の摩擦摩耗試験

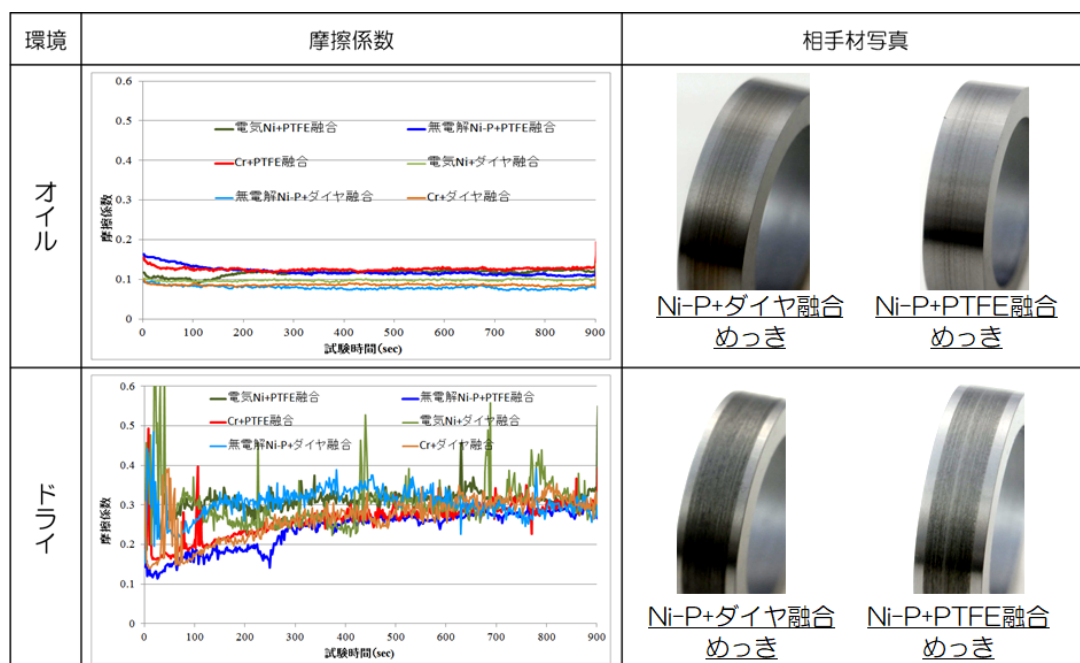


図 2.1.7 鋳鉄相手材に対する各融合めっき皮膜の摩擦係数

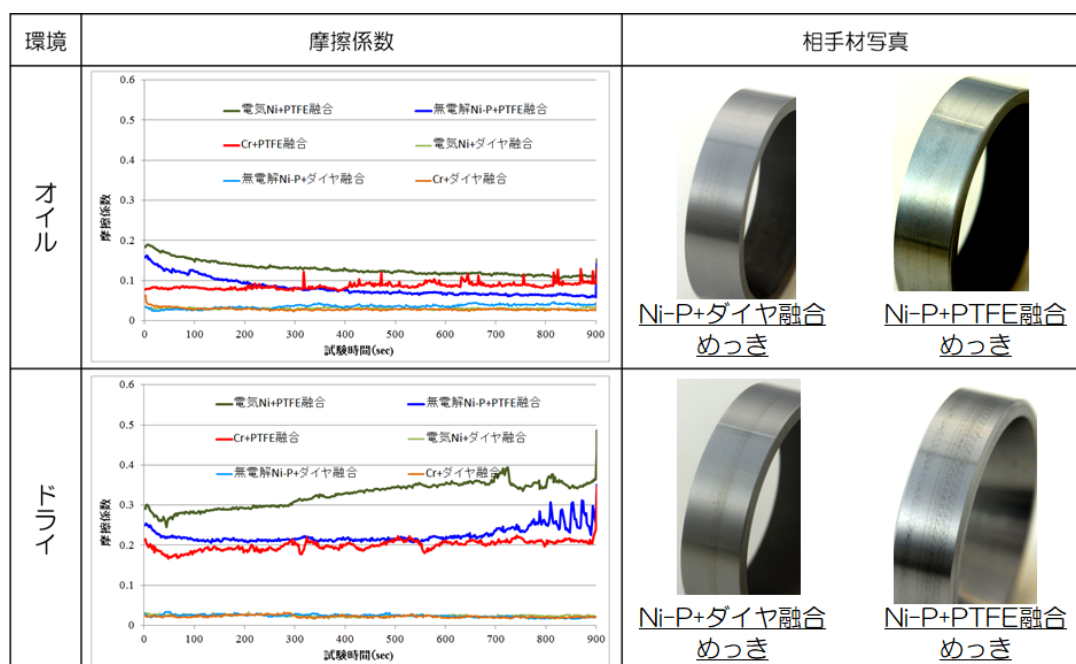


図 2.1.8 Cr めっき鋳鉄相手材に対する各融合めっき皮膜の摩擦係数

表 2.1.1 相手材ごとの摩擦係数まとめ

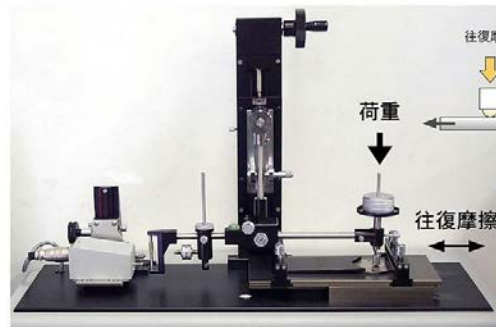
融合めっき	環境	鋳鉄		Crめっき鋳鉄		SUS		焼き入れ鉄	
		摩擦係数	相手材	摩擦係数	相手材	摩擦係数	相手材	摩擦係数	相手材
電気Ni ダイヤモンド	オイル	0.10	×	0.04	○	0.30	×	0.03	○
	ドライ	0.30	×	0.03	○	0.60	×	0.40	×
無電解Ni ダイヤモンド	オイル	0.08	×	0.04	○	0.55	×	0.03	○
	ドライ	0.30	×	0.03	○	0.60	×	0.75	×
Cr ダイヤモンド	オイル	0.09	×	0.03	○	0.50	×	0.09	○
	ドライ	0.25	×	0.03	○	0.60	×	0.55	×
電気Ni PTFE	オイル	0.12	×	0.13	○	0.11	×	0.06	○
	ドライ	0.32	×	0.33	○	0.55	×	0.70	×
無電解Ni PTFE	オイル	0.12	×	0.08	○	0.13	×	0.07	○
	ドライ	0.25	×	0.22	○	0.40	×	0.75	×
Cr PTFE	オイル	0.12	×	0.09	○	0.10	×	0.06	○
	ドライ	0.28	×	0.20	○	0.55	×	0.60	×

(2) 往復摺動方式の摩擦摩耗試験による評価

(1) の追試験として、大阪産業技術研究所の往復摺動試験機（図 2.1.9）を用いて評価を行った。その結果、相手材は SiC ボールと異なるが、各めっき皮膜の中で最も低い摩擦係数を示したのが無電解 Ni-P+ダイヤモンド粒子の融合めっきであった。

摩擦摩耗試験機と摩擦実験条件

摩擦摩耗試験機 HEIDON トライボギア TYPE : 14FW



摩擦実験条件

荷重 1kg (約10N)

往復ストローク 5mm

往復回数 3600回 (36m)

摩擦速度 1200mm/min

(20mm/s)

摩擦相手材

φ3/16in

SiC球

SUJ2球

Crめっき SUJ2球

無潤滑

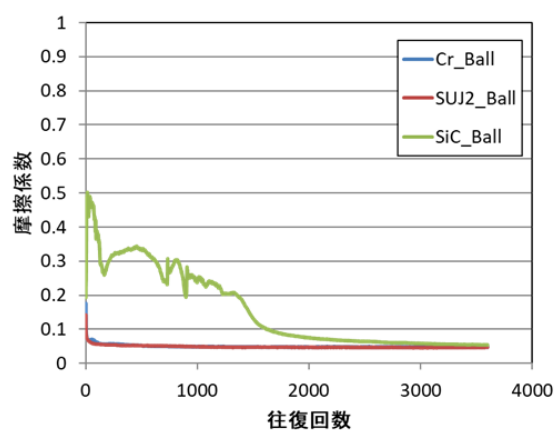
雰囲気 25℃、50%RH



図 2.1.9 往復摺動方式の摩擦摩耗試験（低荷重タイプ）

無電解 Ni-P+ダイヤモンド粒子の融合めっきの試験片に対して相手材を SiC ボール、SUJ2 ボール、Cr めっきした SUJ2 ボールとして摩擦係数を測定した結果と、各ボールの摩擦摩耗試験終了後の摩耗痕の写真を図 2.1.10 にそれぞれ示す。SUJ2 ボールと Cr めっきした SUJ2 ボールは往復回数が少ない初期から最後まで低摩擦係数を示した。しかし、SiC ボールは初期摩擦係数が 0.3 と高く、ボールは激しく摩耗した。この結果より、相手材は SUJ2 ボール、Cr めっきした SUJ2 ボールの 2 種類が低摩擦かつ低摩耗であった。

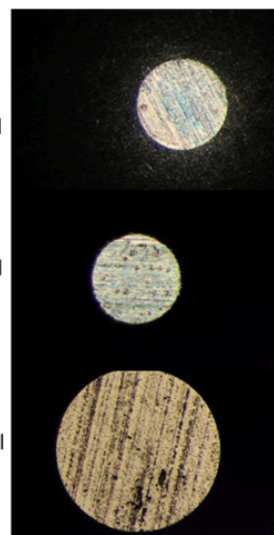
相手材の違いによる摩擦摩耗特性 (試料 NiP+ダイヤモンド)



摩擦摩耗実験結果

相手材の摩耗痕

Cr_Ball
SUJ2_Ball
SiC_Ball



0.4mm

図 2.1.10 各相手材と融合めっき皮膜の往復摺動試験結果

(3) XPS による解析

産業技術総合研究所にて、ブロックオンリング方式で摩擦摩耗試験を行った後の融合めっきブロックの表面およびドライ環境下の試験で発生した摩耗粉を X 線光電子分光法（XPS）によって分析した。摩耗粉の XPS 測定から、C、O、Cr が多く検出された（図 2.1.11、表 2.1.2）。

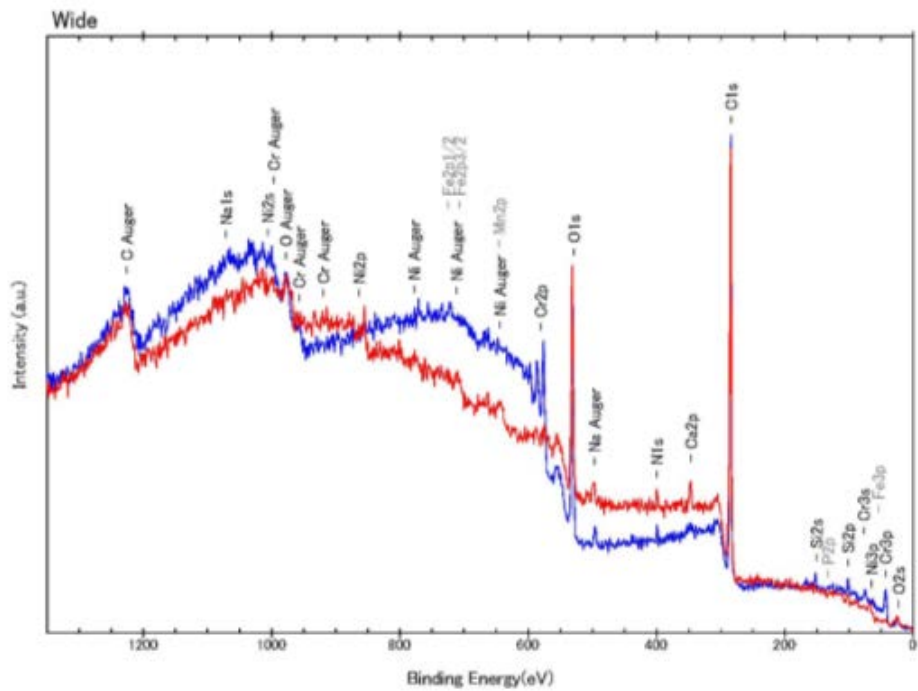


図 2.1.11 XPS によるワイドスキャンスペクトル 青線：摩耗粉、赤線：非摩耗部

表 2.1.2 構成元素の組成比

試料名	C	O	Cr	Ni	Fe	Mn	Si	N	Ca	Na	P
非摩耗部	77.1	16.9	0.5	1.1	0.0	0.0	0.9	1.9	1.1	0.4	0.0
摩耗粉	68.3	22.8	6.0	0.0	0.0	0.0	1.7	1.0	0.3	0.0	0.0

このうち、C の検出はダイヤモンドに由来するものと考えられる。sp³ 結合であるダイヤモンドあるいは sp² 結合であるグラファイトによるものか調べるために、C1s ピークの波形分離を行った結果（表 2.1.3）、C1 および C2 はそれぞれ sp² および sp³ に対応し、ダイヤモンドの他にグラファイト構造の C も存在することがわかった。これは相手材のリングと融合めっき皮膜中のダイヤモンド粒子が常に接触しており、局所的に摩擦熱による高温で酸化しにくかったため、ダイヤモンドの一部がグラファイトに変化したと推測する。

表 2.1.3 C1s 波形の解析結果

試料名	C1s 波形解析結果(%)				
	C1	C2	C3	C4	C5
非摩耗部	0.0	82.5	11.1	1.4	5.0
摩耗粉	24.4	64.4	8.0	1.6	1.7

2.2 実用化に向けためっきプロセスの開発

融合めっき皮膜において、皮膜の性能を安定化させるためには、機能性粒子の粒子径のバラつきを小さくする必要がある（図 2.2.1）。また、機能性粒子を必要な箇所に必要な量だけ配列する粒子分布密度の制御技術、摺動面を平滑に仕上げる最終仕上げ研磨工法が課題となり、それらを解決することで最適なプロセスを確立する。

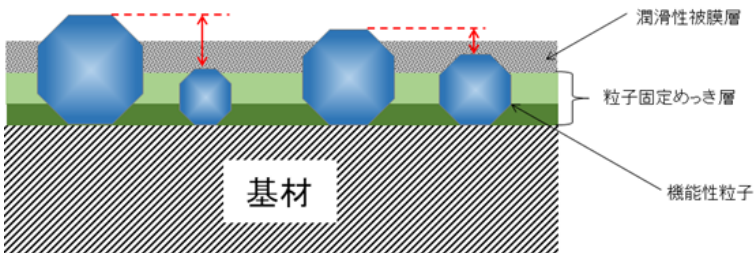


図 2.2.1 粒子サイズのバラつきによる皮膜高さ

2.2.1 機能性粒子径のバラつき精度 UP 方法の確立による品質安定化

(1) ダイヤモンド粒子の分級

ダイヤモンド粒子についてはダイヤモンドメーカーで既に目標値に近い範囲で分級していることがわかった。しかしながら、本研究においても 3 種類の粒度のダイヤモンドを混ぜた上で分級技術確立を図り、狙い平均粒子径 40 μm ±10%以内の分級目標を達成することができた。その結果を図 2.2.2 に示す。

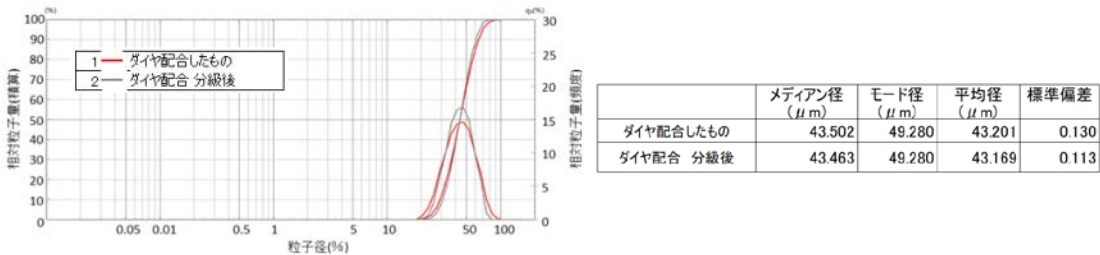


図 2.2.2 混合したダイヤモンド粒子の分級前後粒度測定結果

(2) PTFE 粒子の分級

PTFE 粒子の分級は狙い平均粒子径 20 μm 、40 μm それぞれの分級条件で試験を実施した。

狙い平均粒子径 40 μm での分級は、粒子径のバラつきを小さくするため、合計 4 回の分級を行うことで目標を達成した。そのプロセスを図 2.2.3 に示す。

狙い平均粒子径 20 μm でも同じく 4 回の分級を行い、目標を達成した。(図 2.2.4、図 2.2.5)

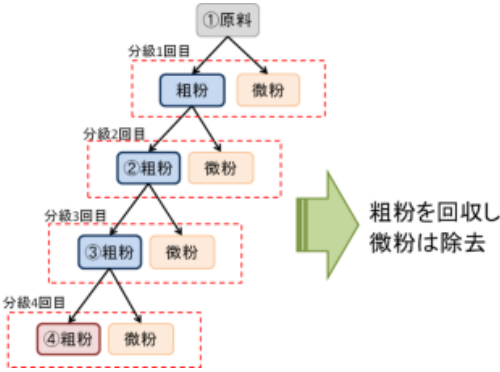
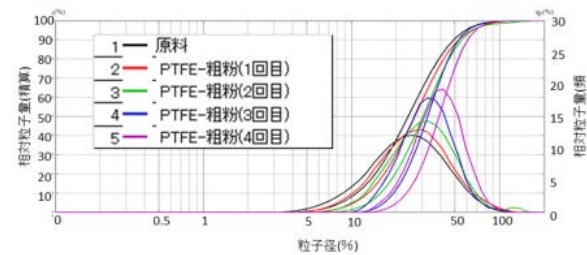
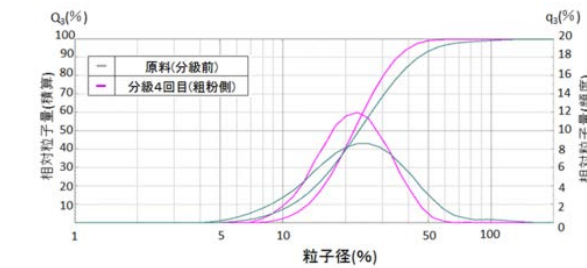


図 2.2.3 狙い平均粒子径 40 μm の PTFE 粒子分級プロセス



	メディアン径 (μm)	モード径 (μm)	平均径 (μm)	標準偏差
原料	23.913	24.133	23.283	0.253
PTFE-粗粉(1回目)	26.566	30.617	26.190	0.239
PTFE-粗粉(2回目)	30.144	30.617	29.827	0.218
PTFE-粗粉(3回目)	32.330	30.617	32.090	0.172
PTFE-粗粉(4回目)	38.689	38.843	38.100	0.161

図 2.2.4 PTFE 粒子分級前後の粒度測定結果 (狙い平均粒子径 40 μm)



	メディアン径 (μm)	モード径 (μm)	平均径 (μm)	標準偏差
① 原料(分級前)	22.476	24.133	22.024	0.233
④ 分級4回目(粗粉側)	21.867	24.133	21.685	0.167

図 2.2.5 PTFE 粒子分級前後の粒度測定結果 (狙い平均粒子径 20 μm)

(3) ダイヤモンド粒子形状の選定

分級の目標を達成し、分級後のダイヤモンド粒子形状を観察したところ、粒子形状の最適化が課題であることがわかった。このため、多くのダイヤモンド粒子を探索し、最適な形状のダイヤモンド粒子を選定した。

2.2.2 品質特性と粒子分布密度の関係の調査および分布密度調整可能なめっき方法の確立

融合めっき皮膜において、配列されていない融合めっきは粒子の密な部分と疎な部分が発生し最終製品の品質に大きく影響する課題がある（図 2.2.6）。このため、粒子の配列を可能にする装置を本研究で開発し、粒子分布密度調整可能なめっき技術の構築を目標として、その配列技術を確立した。

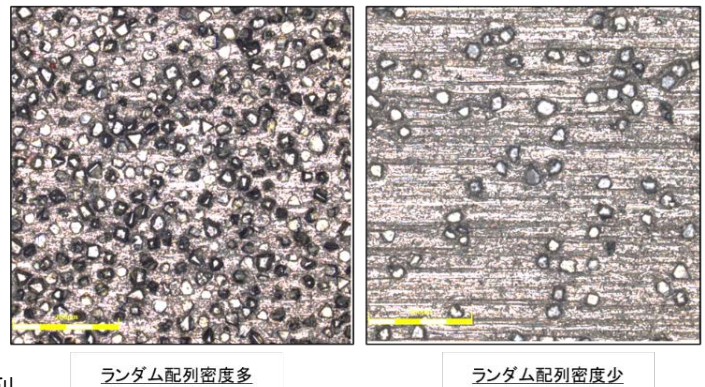


図 2.2.6 配列されていない融合めっきの観察画像

また、粒子を配列することで使用粒子の削減や研磨工程の負荷を軽減し、コストを大幅に改善することができた。

これらを実現するための課題として、パターン形成方法のプロセス開発やパターン後の固定めっき条件の電流密度や通電時間を調査し、最適な条件を見出したことで、1 個から複数個の粒子を配列する技術を確立した。このことから、開口率を算出したパターンを形成することで、本事業の目標である粒子の分布密度を制御することができ（図 2.2.7）、基材一面に対しての粒子量の密度を数値化して表すことができた。

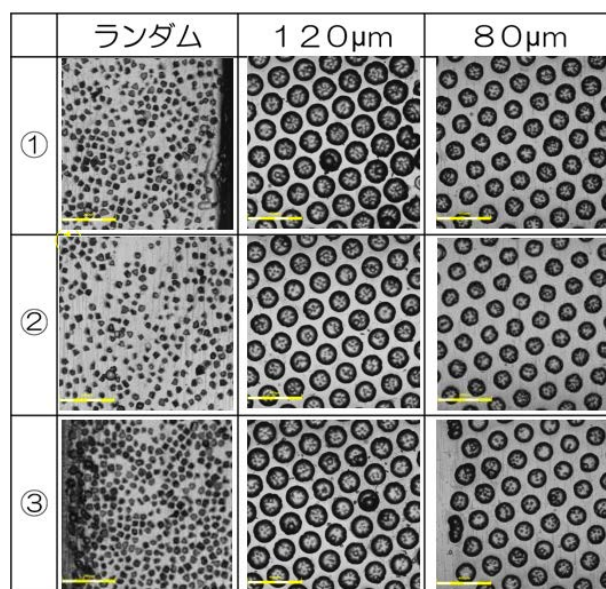


図 2.2.7 配列された融合めっきの観察画像

2.2.3 最終仕上げ研磨工法の確立

（1）研削方法の検討

融合めっきは皮膜中に粒子を含有しているため、最表面皮膜と機能性粒子を同時に研削しなければならない。

しかしながら、最表面皮膜と機能性粒子の研削性は異なるため、表面粗さ Ra0.07μm 以下を達成するためには、それぞれの研削特性を見出す必要がある。

【公開版】

そこで本研究では 3 種類の研削工具を選択し、2 種類の機能性粒子（ダイヤモンド、PTFE）と 7 種類の最表面皮膜の研削性を調査した。

表 2.2.1 に示すように、機能性粒子に対してはダイヤモンドホイールと CBN ホイールで問題なく研削できることがわかった。

また、研削工具に対する最表面皮膜の研削性調査結果を表 2.2.2 に示す。

最表面皮膜には粒子の保持力が高い皮膜の中でも比較的工ととの相性が良く、均一に被覆できる無電解 Ni-P めっきを選択することとした。

表 2.2.1 機能性粒子の研削性

	ダイヤモンド粒子	PTFE 粒子
ダイヤホイール	○	○
CBN ホイール	○	○
一般砥石	×	△

表 2.2.2 最表面皮膜の研削性

	電気Ni	Ni-P	Cr	Ni-P PTFE	Cu	Ag	Sn
ダイヤホイール	×	△	×	△	○	○	○
CBN ホイール	○	○	○	○	○	○	○
一般砥石	○	○	○	○	○	○	○

2.1.3 で決定した、最表面皮膜に無電解 Ni-P めっき、機能性粒子にダイヤモンドを用いた融合めっきを 50 個作製し研削試験を行った結果、本事業の目標仕上げ寸法公差 $\pm 0.005\text{mm}$ 以内を達成することができた。また表面粗さにおいては最適研削領域を見出したことで、図 2.2.8 に示すように、目標である表面粗さ $Ra0.07\mu\text{m}$ 以下を達成することができた。

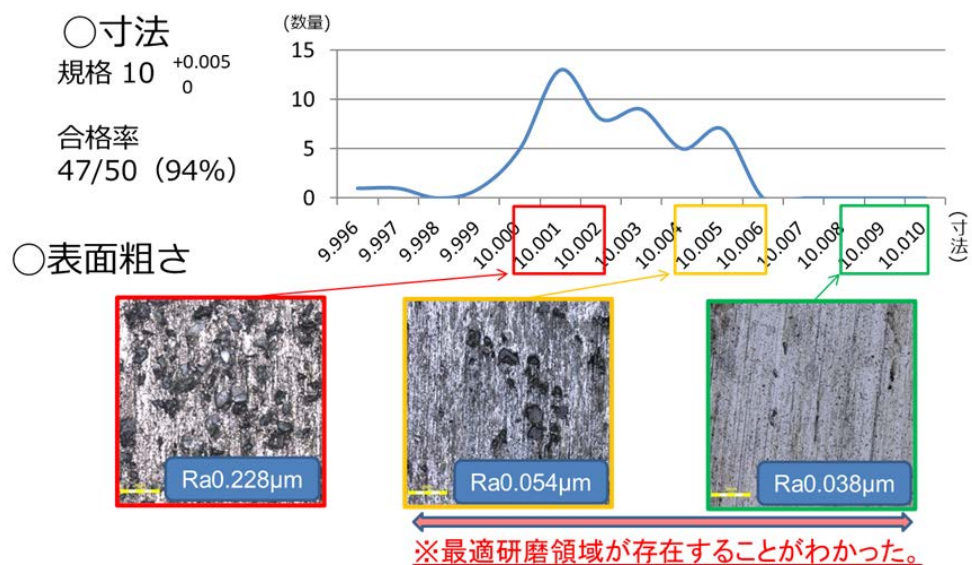


図 2.2.8 融合めっきの研削加工の測定結果

(2) 評価試験軸の円筒研削の検討

融合めっきを被覆した評価試験軸（φ17.9×95L、材質 S45C）の円筒研削では、切削抵抗による振動によって異常研削となる課題がある。そこで振れ止め治具や回転センタを用いることを検討した。その結果振動が大幅に改善され正常に研削が行えるようになった（図 2.2.9）。

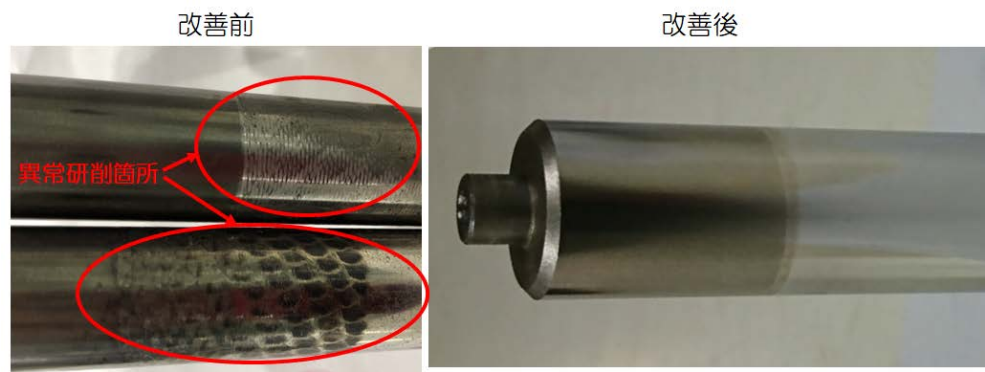


図 2.2.9 円筒研削後の評価試験軸の表面

しかしながら、研削時間が長時間となる課題が残った。このため研削砥石の粒度や密度が最適なものを検討した。さらに摺動特性が得られる最小研削量を見出すことで研削時間の短縮に成功した。この結果を図 2.2.10 に示す

	トラバース回数	表面状態	評価		トラバース回数	表面状態	評価
#170 CBN	420		×	#80 電着 CBN	280		×
#80 CBN	420		×	#100 ダイヤ	280		○

図 2.2.10 研削工具の研削性試験結果

2.2.4 融合めっき皮膜の性能評価

(1) ブロックオンリング方式の摩擦摩耗試験機での性能評価

鋳鉄に Cr めっきを被覆したリングとダイヤモンド融合めっきブロックの組合せと鋳鉄リングと鋳鉄ブロックの組み合わせについて、ブロックオンリング方式の摩擦摩耗試験機でストライバック曲線を調査した結果を図 2.2.11 で示す。この結果から、鋳鉄リングと鋳鉄ブロックの組み合わせの場合は回転数/荷重がゼロに近づくにつれて境界潤滑となり摩擦係数

が上がり、回転数/荷重が大きくなるにつれて、流体潤滑となり摩擦係数が 0.1 を示した。これに対して、鋳鉄に Cr めっきを被覆したリングとダイヤモンド融合めっきブロックの組み合わせの場合はいずれの条件でも摩擦係数が 0.05 以下を維持し、目標値を達成した。

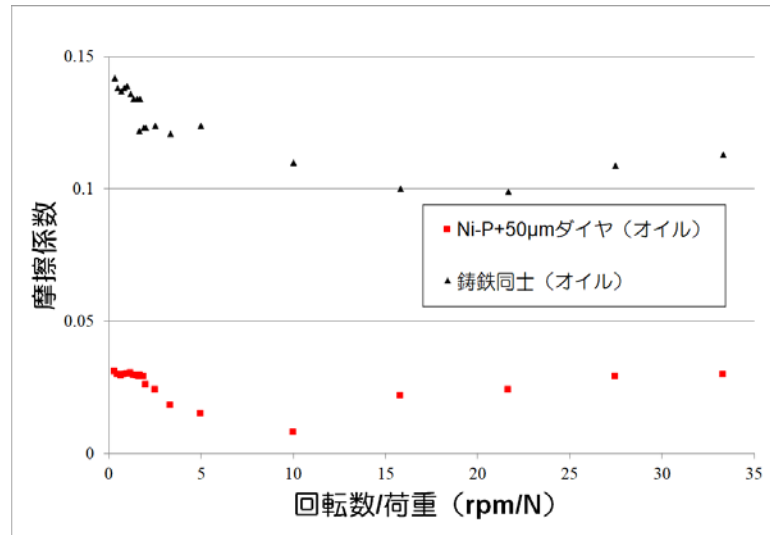


図 2.2.11 鋳鉄と融合めっきのストライベック曲線

(2) ピンオンディスク方式の摩擦摩耗試験機での性能評価

次に、配列パターンの最適化を検討するためピンオンディスク方式の摩擦摩耗試験機（図 2.2.12）で評価した。ピンオンディスク方式の摩擦摩耗試験を行うにあたり、実際の圧縮機の面圧から CO₂ 冷媒使用時に想定される約 54MPa（荷重 360N）の高荷重での性能を評価するため、14MPa（荷重 90N）から 75MPa（荷重 480N）の条件で試験を行った。その結果を図 2.2.13 に示す。

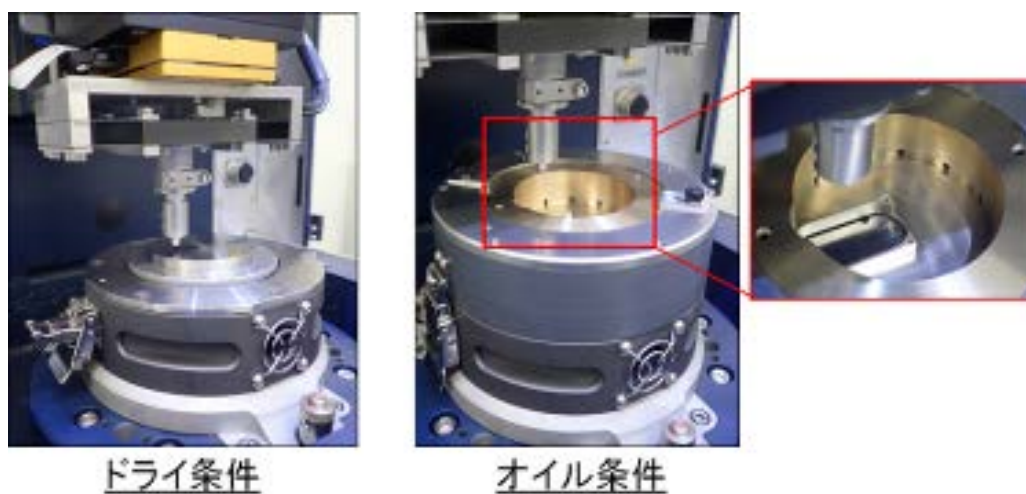


図 2.2.12 ピンオンディスク方式の摩擦摩耗試験

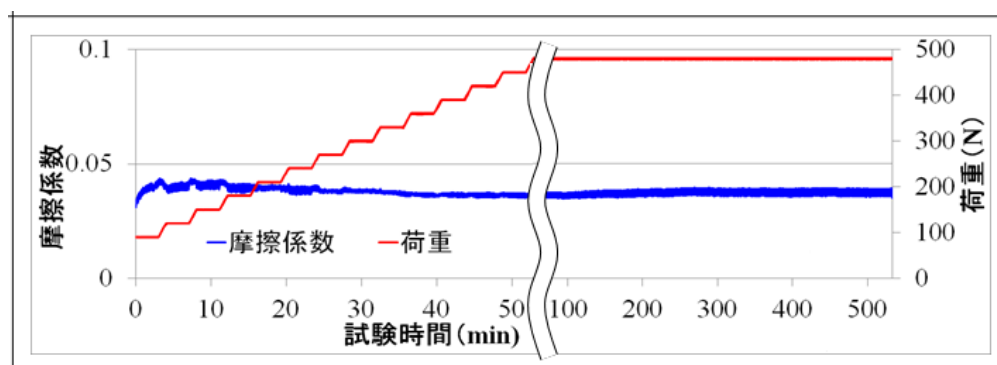


図 2.2.13 孔径 160 μ m 配列融合めっきのピンオンディスク連続荷重変化試験結果

この条件で Cr めっきピンに対して孔径 80、120、160 μ m の融合めっきディスクを調査し、参照試験として鋳鉄ピンと鋳鉄ディスクの組み合わせを加えて評価した結果を表 2.2.3 に示す。結果から、鋳鉄ピンと鋳鉄ディスクの組み合わせでは荷重 180 N において摩擦係数が 0.1 となったが、Cr めっきピンと各配列パターンの融合めっきディスクの組み合わせは荷重 480N においても摩擦係数 0.05 であり、目標値を達成したことがわかる。

表 2.2.3 オイル条件におけるピンオンディスク荷重変化試験結果のまとめ

組み合わせ	荷重 (N)	摩擦係数	ピン 摩耗量(g)	ディスク 摩耗量(g)
鋳鉄ピン ↓ 鋳鉄ディスク	180	0.1	0.0118	0.0067
Crめっきピン ↓ 融合めっきディスク (孔径160 μ m-ピッチ 200 μ m)	480	0.05	0.0005	0
Crめっきピン ↓ 融合めっきディスク (孔径120 μ m-ピッチ 200 μ m)	480	0.05	0.0007	0
Crめっきピン ↓ 融合めっきディスク (孔径80 μ m-ピッチ 200 μ m)	480	0.05	0.0011	0

さらに、Cr めっきピンと孔径 160 μ m の融合めっきを施したディスクの組み合わせで最終目標値である荷重 30N、回転数 300～1000rpm、オイル環境下、試験時間 100h の耐久試験を行った結果、摩擦係数は試験終了まで 0.05 以下を維持しており、目標を達成した（図 2.2.14）。

また、耐久試験後のディスクおよびピンの摩耗を調査したところ、図 2.2.15 に示すようにほとんど摩耗がなかった。

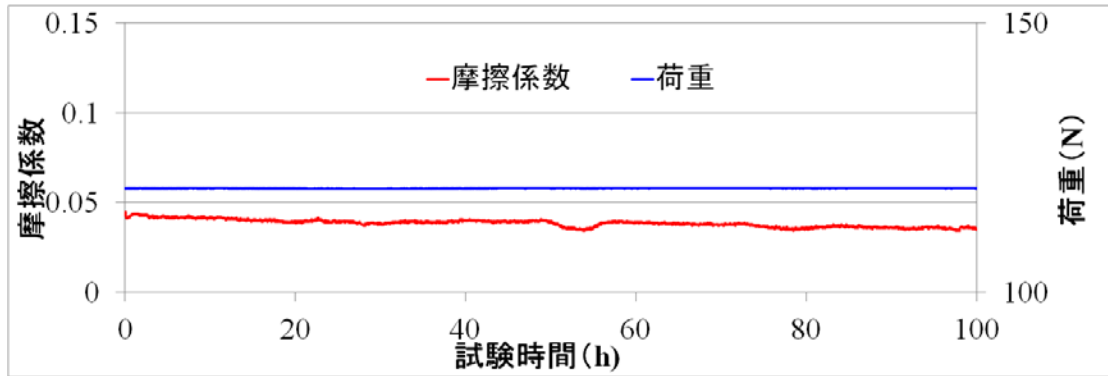


図 2.2.14 孔径 160 μ m 配列融合めっきのピンオンディスク長時間試験結果

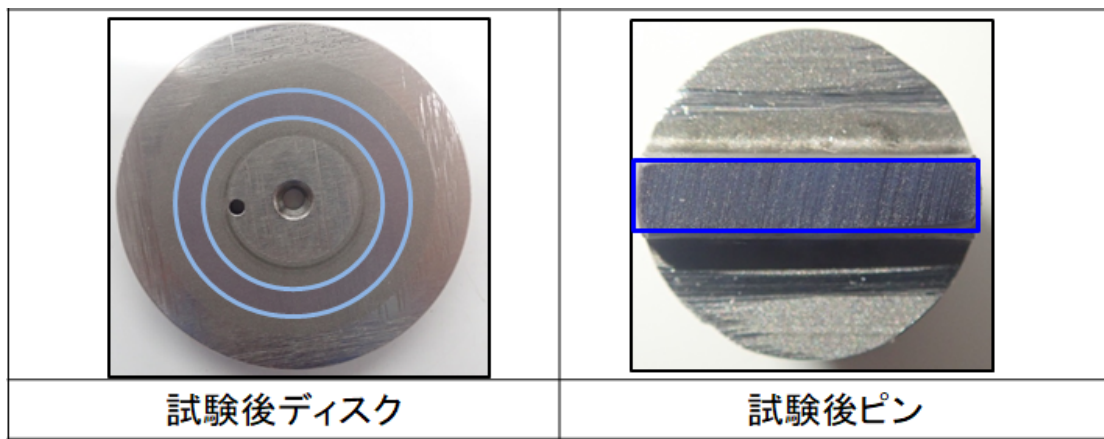


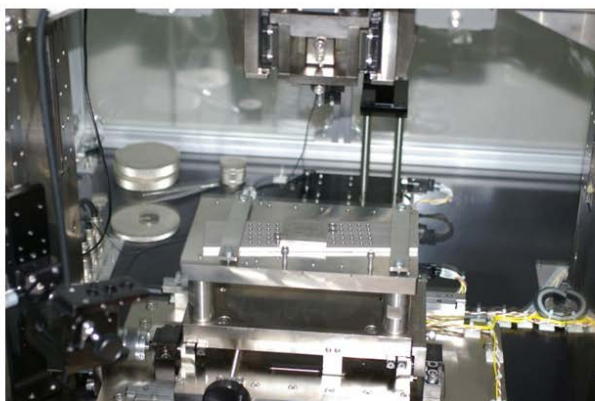
図 2.2.15 ピンオンディスク長時間試験後の融合めっき試料

(3) 往復摺動方式の摩擦摩耗試験機による性能評価

融合めっき皮膜の配列パターンの性能をより詳細に調査するために、大阪産業技術研究所にて往復摺動試験を行った (図 2.2.16)。

摩擦摩耗試験機と摩擦実験条件

摩擦摩耗試験機 HEIDON トライボギア TYPE : 32S



摩擦実験条件

荷重 10kg f (約100N)

往復ストローク 20mm

往復回数 3600回 (144m)

摩擦速度 1200mm/min
(20mm/s)

摩擦相手材 ピン

Crめっき材、焼入れ材

無潤滑

雰囲気 25℃、50%RH

図 2.2.16 往復摺動方式の摩擦摩耗試験 (高荷重タイプ)

【公開版】

孔径と孔ピッチを変更した 3 種類の融合めっき試験片を準備し、それぞれの孔は総面積が同じになるように調整した。試験片の拡大写真を図 2.2.17 に示す。写真から、各試験片に加工された孔には、ダイヤモンド粒子が孔径 50 μm 、ピッチ 90 μm では 0~1 個、孔径 100 μm 、ピッチ 200 μm では 1~4 個、孔径 200 μm 、ピッチ 400 μm では 10~21 個の集合体としてそれぞれ存在していることが確認できた。

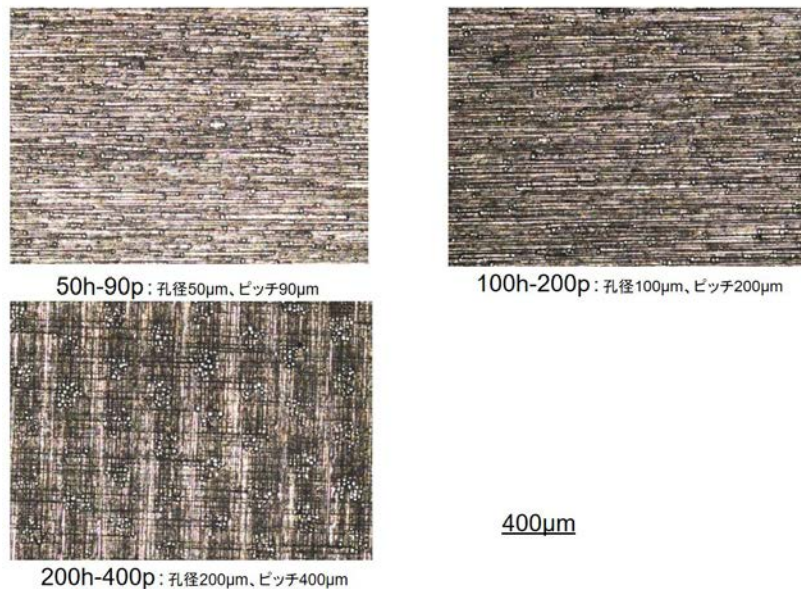


図 2.2.17 各融合めっき試験片の表面状態

摩擦摩耗試験の相手材は、8×1.5 mm の接触面を持つ Cr めっきピンを使用した。摩擦試験条件は、荷重 480N（面圧約 40MPa）下において往復ストローク 30mm で 21000 回（1260m）往復させた。図 2.2.18 に各試験片の往復回数に対する摩擦係数の変化を示す。図中に示している結果は、それぞれの試験片で 2~4 回行った摩擦摩耗試験の内、各試験片で摩擦係数が最も高いデータである。各試験片の摩擦係数は 0.04~0.05 の範囲に収まっており、ピンオンディスク試験同様にドライ環境でも 0.05 以下を示した。

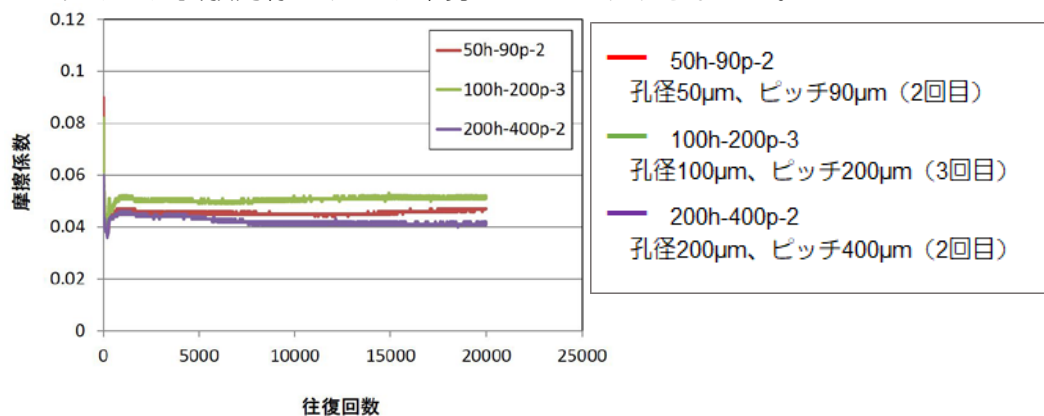


図 2.2.18 各試験片の往復回数に対する摩擦係数の変化

(3) XPS による解析

産業技術総合研究所にてピンオンディスク方式で摩擦摩耗試験を行った後の融合めっきディスクの表面およびドライ環境下の試験で発生した摩耗粉を X 線光電子分光法 (XPS) によって分析した。ピンオンディスク試験により発生した摩耗粉の XPS 測定から、C、O、Cr のみが検出され、すべてめっき層の構成元素であった (表 2.2.4)。また、C の結合状態を調べるために C1s ピークの波形分離を行った結果、すべてがダイヤモンド結合を有するものであり、グラファイト結合は見られなかった (表 2.2.5)。これはブロックオンリング方式の試験に対してピンオンディスク方式の試験では、融合めっき皮膜のディスクが回転しており皮膜中のダイヤモンドが瞬間的にピンと接触しすぐ大気に晒されることから温度の上昇も少なく、酸化も生じやすいためだと推測した。

表 2.2.4 構成元素の組成比 (ピンオンディスク試験後の摩耗粉)

480N, 8h	試料名	C	O	Cr
	摩耗粉	17.7	61.0	21.3

120N, 100h	試料名	C	O	Cr
	摩耗粉	36.6	49.8	13.6

表 2.2.5 C1s 波形の解析結果 (ピンオンディスク試験後の摩耗粉)

C1s波形解析結果 (%)

480N, 8h

試料名	C1	C2	C3	C4	C5
摩耗粉	0.0	61.5	12.5	0.6	25.4

C1s波形解析結果 (%)

120N, 100h

試料名	C1	C2	C3	C4	C5
摩耗粉	0.0	55.7	27.0	3.8	13.5

C1 : C=C等(sp²)C2 : C-C,C-H等(sp³)

C3 : C-O

C4 : C=O

C5 : O=C-O,CO₃

C-C ダイヤモンド結合が主

C=C グラファイト結合はなし

C-O Cの酸化

2.3 融合めっき皮膜の量産技術の確立

融合めっきの量産に向けて、最大外径 $\phi 100\text{mm}$ ×最大長さ 150mm のワークに融合めっき処理が可能になることと、2時間以内で1サイクル3本同時生産を可能にし、その品質を安定化させる手法と体制を確立する。

2.3.1 量産めっき装置の開発

P 社評価試験軸用の量産設備の作製と導入を行った。

導入した量産用ラインを図 2.3.1 に示す。図はパターン形成装置でパターンを形成した軸の前処理ラインである。



図 2.3.1 導入した量産用ライン

このラインで、配列させたマスキング部への固定めっきを可能にさせ、最終研磨工程まで進めた完成品の品質調査を行い、このプロセスに問題がないことを確認した。

マスキング剥離槽は、高圧シャワーでワークを揺動させながらマスキング部を除去する構造とし、また、液濃度を安定化させ、温度を一定に保つためにバッファー槽を設けた。

2.3.2 量産めっき治具の開発

作製したダイヤモンド電着槽を図 2.3.2 に示す。ダイヤモンド電着槽内は 4 つの区画に仕切られており、ダイヤモンド充填槽と、充填槽を挟むように Ni アノードを配置し、処理能力としては 1 バッチ 4 本の処理を可能にした。



図 2.3.2 作製したダイヤモンド電着槽

粒子の固定めっき方法は、粒子を入れたダイヤモンド充填槽に軸を埋めた状態でめっきをする手法とした。しかしながら、めっきテストを行うと、図 2.3.3 に示すように、軸表面には Ni の水酸化物が析出し、ダイヤモンド粒子はきれいに電着されなかった。このため、液の循環を良くするための治具の改良を繰り返し、きれいに固定めっきができる条件を見つけたことで図 2.3.4 のように均一に固定めっきが可能となった。



図 2.3.3 Ni 水酸化物が析出した状態

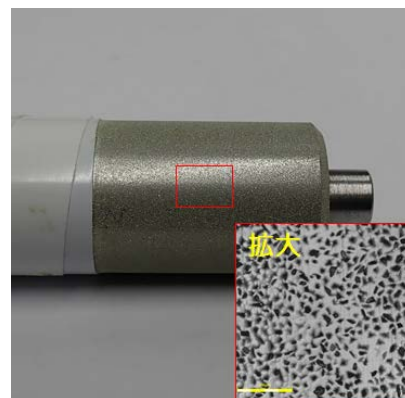


図 2.3.4 治具改良後の軸の外観

見出しためっき条件で、本事業の目標値である $\phi 100 \times 150L$ の大きいサイズの軸に対して 1 本につき 1 台の整流器で 4 本同時にめっきを行うことで、1 サイクル 2 時間以内の加工時間で品質に問題がないことを確認し、目標値を達成した。

2.4 融合めっき皮膜を用いた新すべり軸受の評価

本事業の最終目標は、P 社の圧縮機用軸に融合めっきを処理し、荷重 30N、回転数 300rpm 条件下において摩擦係数 0.05 以下を達成することである。その試験と評価を P 社の専用評価試験機を用いて実施した

2.4.1 融合めっき皮膜の性能評価試験

(1) 評価試験機による性能評価試験

評価試験としては、圧縮機用軸のサイズ $\phi 17.907 \times 95\text{mm}$ と同じサイズの軸に融合めっき、軸受けの内径には硬質 Cr めっきを行い、P 社の専用試験機で評価を行った。試験法としては荷重を 2 種類で各回転数における摩擦係数を調査し、評価を行った。この試験の結果、現行品のものは摩擦係数が 0.02 であったが、融合めっきは摩擦係数が 1/2 の 0.01 となり、本事業の目標値 0.05 以下を達成した。

(2) 実装向け評価試験機による性能試験

上記の P 社評価試験で良好な結果が出たため、当初予定していなかった量産製品評価用試験機で評価を行うことになった。

実装向け評価試験機用の軸のサイズは $\phi 18 \times 20\text{mm}$ であり、軸の中央部の 20mm の範囲に融合めっき、軸受けには硬質 Cr めっきを行い、P 社の実装向け評価試験機で評価を行った。

試験条件は 4 種類の荷重で、回転数は 5~40r/s の広い範囲で試験を行い評価した。

その結果、現行品は境界潤滑域では摩擦係数が 0.08 と高くなるが、融合めっき品では境界潤滑域でも摩擦係数が上がらず 0.01 と低い数値を示した。

この結果、融合めっきを被覆した軸は、現行品の 1/8 の摩擦係数となり、摩擦損失が大きい境界潤滑と想定される、低速回転での片当たり状態の時やスタート/ストップ時のエネルギーロスを大幅に低減し、省エネ効果が期待できることを数値で実証できた。

最終章 全体総括

●複数年の研究開発成果

- ・ダイヤモンド粒子を固定させ、最表面を Ni にした融合めっき皮膜の相手材を硬質 Cr めっきとするのが、本事業の目標である摩擦係数 0.05 を達成するためにベストな組み合わせであることを証明し、設計工法を確立した。

- ・粒子の配列技術として、パターン形成装置を近畿大学と共同で作製できたことで、要求性能に応じた粒子の配列パターンを自在に調整可能になり、また、孔の大きさを調整することで、単位面積あたりの粒子量をコントロールする技術を確立した。

- ・量産ラインができたことで、安定した品質の融合めっきの設計工法に基づき量産が可能になった。

- ・CO₂冷媒使用時に想定される 54MPa 超の高荷重条件下でも摩擦係数は 0.05 で目標を達成し、かつ境界潤滑域でも摩擦係数が上がらず摩耗しないという期待を上回る結果が得られ、CO₂冷媒仕様の冷凍空調用圧縮機に求められる要求性能を満足させることができた。

●研究開発後の課題

本事業で開発した融合めっきは、乾式めっき法で摺動特性が得られている DLC の特性と、湿式めっき法で行われている複合めっきの両方の特性を融合させることを目的として研究を完成させた。今回の研究成果は、当初予測していた以上の新しい摺動特性を持つ機能めっきの可能性を見出せたと考えている。このため、この融合めっきを商品化し普及させることと、生産技術をさらに高度化させ、生産コストを下げて利益率を上げることが課題となる。

●事業化展開

本事業で開発した融合めっきを圧縮機の摺動部品として適用するための事業化計画を進めており、メーカーにて実際に量産されている圧縮機に搭載して耐久試験を実施する準備の段階に入っている。また、応用展開として、省力機械やロボットなどの摩耗が激しい摺動部品でも並行して実装試験を進めている。

また、これらの実績を踏まえて、応用特許や PCT 出願した特許の海外への申請を進める。販売方法としては、融合めっきを規格化した部品を、自社ブランドの新しい摺動部材として、

展示会やインターネットでの販売計画を進めていく。

最後に、今回のサポイン事業は 2017 年 3 月に㈱クボタと共同出願（特願 2017-068348）した技術の高度化と量産技術の構築を進めたものであり、アドバイザーとしても㈱クボタに協力いただいた。今後、この技術を広く普及するためには、先行技術を有する㈱クボタと協議しながら、この技術をさらに高度化していくことが重要である。

温室効果ガス排出量の削減や省エネに対しては、摺動部材が重要不可欠なキーテクノロジーであり、本事業の成果は、摺動部材に行う機能めっき皮膜として、これまでになかった摺動特性を付加できるものである。このため、本技術の早期商品化と応用展開を推進し、新しい機能めっき皮膜として広くめっき業界に貢献していきたい。

また、本事業の実施にあたり、ご協力いただいた関係者の皆様に深く感謝する。