

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 5 年 6 月 1 日現在

機関番号：33907

研究種目：若手研究

研究期間：2020～2022

課題番号：20K14643

研究課題名(和文) 鋼のプラズマ窒化による高機能窒化層の創出とトライボロジー特性の向上

研究課題名(英文) Development of high-performance nitrided layer and improvement of tribological properties by plasma nitriding of steel

研究代表者

宮本 潤示 (Miyamoto, Junji)

大同大学・工学部・准教授

研究者番号：50713046

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,200,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、機械部品隙間内面にも形成可能で、テクスチャリング表面の自己修復性を備えたこれまでにない新しい処理法の開発を目的とし、以下の成果を得た。

(1) 高密度なプラズマを形成することが出来る新しい窒化装置を構築し、そのプラズマ状態と窒化後の試料表面の状態について明らかとした。(2) 窒化後の表面粗さについて線粗さおよび面粗さを分析することで、摺動時への影響を明らかにした。(3) 窒化処理条件によって形成する窒化層の状態を明らかとし、表面の微細な凹凸を形成する条件を見出した。(4) 微細な凹凸を形成した窒化層を有する試料を摺動することで、流体潤滑領域が拡大し、摩擦係数が減少することを見出した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

窒化処理した際に形成する化合物層の摺動特性は様々な条件に依存するため複雑であり、使用条件によって著しく優れた結果や悪い結果が得られるなど不明点が多い。この処理法を新しく応用するためには、この化合物層の摺動特性を明らかにする必要がある。また、従来技術の問題点であったテクスチャリング表面の自己修復性や隙間内面の処理も期待される。クラックが発生せず、高い潤滑性を有した化合物層の形成条件やその特性を明らかにする本研究では、これまでにない新しい学術的知見を得ることができる。産業では高い潤滑技術が求められており、摩擦低減が1つのキーワードとなっているため社会的意義が大きい。

研究成果の概要(英文)： In this study, develop of a new treatment method were performed that can be formed on the inner surface of the narrow gap between mechanical parts and have the self-repairing property of the texturing surface, and obtained the following results. (1) A new nitriding apparatus forming high-density plasma was constructed, and the state of the plasma and the sample surface after nitriding were clarified. (2) By analyzing the surface roughness after nitriding, the effect on sliding was clarified. (3) The state of the nitrided layer formed by the nitriding conditions were clarified, and found the conditions for forming fine irregularities on the surface. (4) The sliding characteristics of a specimen with a nitrided layer with fine irregularities was clarified.

研究分野：表面改質

キーワード：鋼 窒化層 化合物層 摩擦係数 表面テクスチャリング

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

プラズマ窒化法とは、窒素プラズマを用いて金属の表面に窒化層を形成し硬化させる表面改質処理法の一つである。窒化を行った際に表面に形成される  $\text{Fe}_3\text{N}$  や  $\text{Fe}_4\text{N}$  などの化合物層は脆く粗いため、ドリルなどの切削工具や金型などでは形成を避けて処理が行われたり、処理後に研磨などをして除去されたりしている。この化合物層の脆さの原因の1つに多孔質なポーラス層が考えられる。

一方、トライボロジーの研究分野では近年テクスチャリングが注目を集めている。この技術は表面にディンプル状の形状など様々な形状を付与することにより、摺動特性を向上させる技術である。このように表面形状に依存して摺動特性が変化することが明らかとなっている。このことより、化合物層のポーラス部はその多孔性から同様に摺動特性を改善させることができると考えられる。プラズマで層を形成するため、機械部品隙間内面まで処理が可能である。さらに、金属表面だけでなく内部までポーラスが発生することから、従来摩耗と共にテクスチャリング表面が喪失していたが、本研究では自己修復性が期待できる。

### 2. 研究の目的

近年機械部品などへトライボロジー特性向上のため、テクスチャリングが施されるようになってきている。しかし、実用化されているテクスチャリング形成技術では、摩耗と共に凹凸が失われる、機械部品の隙間などには形成が困難であるという問題がある。そこで本研究では、前述の処理法を応用し、機械部品隙間内面にも形成可能で、テクスチャリング表面の自己修復性を備えたこれまでにない新しい処理法の開発を目的とした。

### 3. 研究の方法

本研究では前述の目的を以下のように段階的に実施した。

#### フェーズ1 新しい処理装置の構築とそのプラズマの分析(2020年度)

化合物層は窒素濃度が高い領域ではより多くのポーラスが発生する。このため、本研究ではこれまでに無い高い窒素濃度を得るための処理装置が必要となる。研究目的を達成可能にする処理装置を独自に開発した。具体的には電子ビーム励起プラズマ装置をベースにプラズマ密度を高めるように、工夫を行った構築後は支配的なパラメータとなる処理圧力、電子ビームの電圧および電流がプラズマ密度に与える影響を調査した。

#### フェーズ2 化合物層の形成条件解明(2021年度)

フェーズ1で構築した装置を用いて化合物層の形成条件を明らかにした。このために、合金工具鋼の窒化を行い、処理温度および処理時間といった支配的なパラメータの仮説、実証を行った。化合物層が形成される条件を明らかにすると共に  $\text{Fe}_3\text{N}$  などの化合物層のポーラスについて分析を行った。 $\text{Fe}_3\text{N}$  窒化物濃度が高い領域では、 $\text{Fe}_3\text{N}$  窒化物がセメントタイトに変化し、より多くのポーラスが発生するとの報告があることから、これらより  $\text{Fe}_3\text{N}$  窒化物の生成量を増やすため、窒素濃度 8~9%を目指した。

#### フェーズ3 化合物層の摺動特性および潤滑メカニズムの解明(2022年度)

フェーズ2で形成された化合物層を用いて、潤滑油環境などで摺動特性の評価を行った。同時に、どのような条件でクラックや摩耗が発生するか調べた。摺動方法は、往復摺動型とした。また、さまざまな条件で形成された化合物層について潤滑油環境で摩擦摩耗試験を行い、どのような化合物層が摺動特性に優れるかを明らかにした。さらに摺動後の窒化した試料表面を観察し、摩耗された試料表面から内部のポーラスが表面に現れ、テクスチャリング表面が自己修復されているか調べた。

### 4. 研究成果

プラズマ窒化処理した SKD61 の表面硬さを図 1 に示す。未処理の硬さが約 630HV であったのに対して、各窒化処理条件(水素量変化)でプラズマ窒化処理を行った試料の表面硬さは 2 倍以上の 1280~1550HV であった。水素量によって表面硬さが増加した要因としては、表面に生成した酸化膜および NH ラジカルによる影響が考えられる。また、SKD61 の窒化処理後の表面硬さ値から、最表面には化合物層が形成していると考えられる。

プラズマ窒化処理した SKD61 の表面粗さを図 2 に示す。なお、線粗さおよび面粗さの測定を行った。窒化後の面粗さについては、1 条件のみ示している。未処理の算術平均粗さが 7nm に対して、窒化後の表面粗さはすべての条件において増加してお

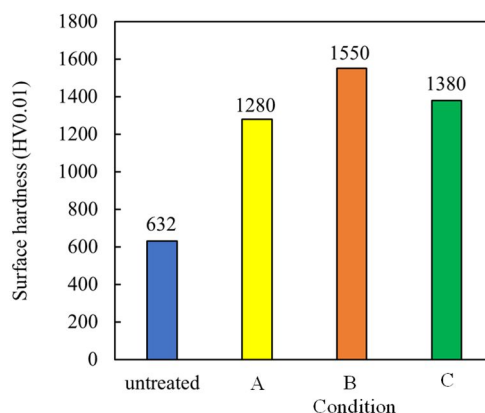
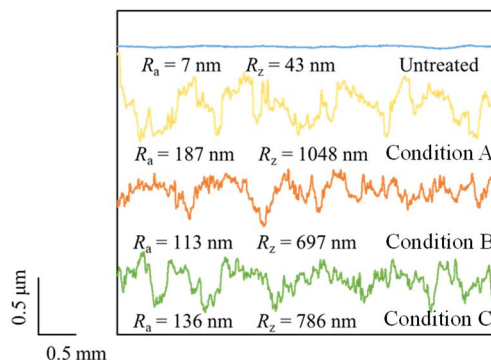
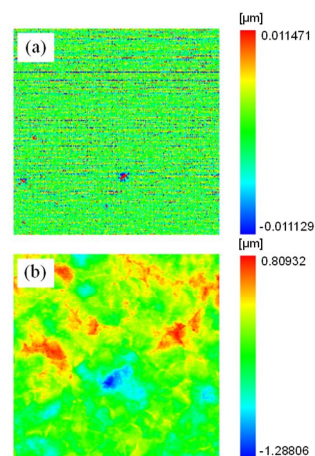


図1 窒化処理後の表面硬さ

り,最大で 187nm であった.また最大高さについては未処理の試料が 43nm に対して窒化処理後の試料は約 700 ~ 1050nm と大きな増加が見られた.これは,化合物が形成したことによる影響であると考えられる.面粗さについても未処理に比べて窒化後の試料は凹凸がはっきりと確認され,表面粗さが面全体で増加している.



Line roughness



Plane roughness

((a): Untreated, (b): Condition B)

図 2 窒化処理後の表面粗さ

各条件で窒化処理した SKD61 試料の断面写真を図 3 に示す.すべての条件において黒く変色した拡散層と白い化合物層と見られる層が確認された.拡散層の深さは約 150 μm ~ 220 μm であり,化合物層は約 10 μm 程度であった.また,すべての試料において析出物であるいわゆるかもめマークが確認された.水素量を変化させることにより,プラズマ中の活性な窒素種の総量が変化するとともに,試料表面の還元作用が加わると考えられる.これにより,窒化層の深さが変化したものと考えられる.

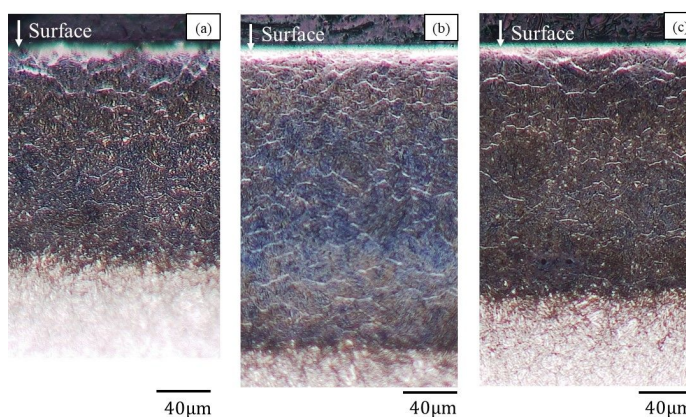


図 3 窒化層 ((a): 条件 A, (b): 条件 B, (c): 条件 C)

窒化処理後の表面の SEM 像を図 4 に示す.各窒化処理条件における表面は窒化物が形成したことにより微細な凹凸が形成していた.この微細な凹凸は緻密な状態になっていた.表面の凹凸は表面硬さや断面の窒化層の深さに比例して増加する傾向が見られた.

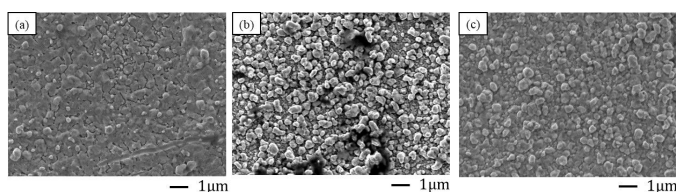


図 4 窒化後の表面の SEM 像 ((a): 条件 A, (b): 条件 B, (c) 条件 C)

各試料の摩擦試験の結果を図 5 に示す.摩擦試験の条件としては,直径 10mm の材質 SUJ2 のボールを用いてボールオンディスク型の往復摺動試験機を用いて評価を行った.潤滑油として添加剤を含まない PAO 4 (ポリ-α-オレフィン) を用いて,摺動距離を 5000mm,荷重を 300gf および 1000gf として摺動速度を変化させ実験を行った.横軸は粘度一定の為,摺動速度(mm/min)/荷重(g)の軸受定数とした.未処理の試料では,速度を大きくすることで,1.5 (mm/g·min)より大きくなる時,摩擦係数は 0.05 程度となった.しかし,窒化処理を行った試料では,0.5 (mm/g·min)程度から摩擦係数は減少し,0.05 程度となった.このことから窒化処理を行った試料は流体潤滑領域が増加していると考えられる.このことは,試料の表面状態より表面テクスチャリングの効果によるものと考えられる.また,未処理の試料が 0.5 (mm/g·min)以下の時,その摩擦係数は約 0.14 程度であったが,窒化処理を行った試料は摩擦係数が 0.08 ~ 0.11 程度であり,減少していた.これは,流体で荷重を指示する面積が増加していること,真実接触面積が減少していることに起因す

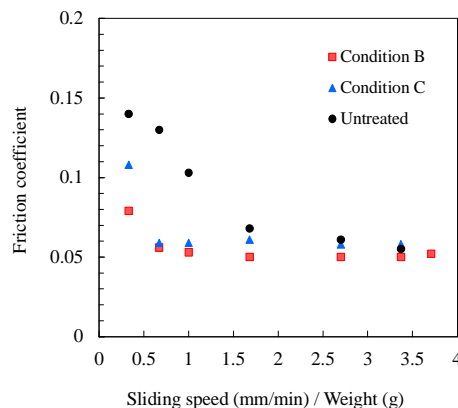


図 5 摩擦係数

ると考えられる。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 2件）

1. 著者名 Junji MIYAMOTO, Kazushige TOKUNO, Masahiro HAGINO	4. 巻 61
2. 論文標題 Effect of Sputtered Fe on the Plasma Nitriding Mechanism of AISI H13 Tool Steel Using Electron-Beam-Excited Plasma	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 ISIJ International	6. 最初と最後の頁 2805-2812
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2021-246	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

1. 著者名 Miyamoto Junji, Tsuboi Ryo, Tokuno Kazushige	4. 巻 61
2. 論文標題 Effect of Oxidation on Surface Properties of AISI H13 Tool Steel Nitrided by Atmospheric-Pressure Plasma	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 ISIJ International	6. 最初と最後の頁 953 ~ 959
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2020-577	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

〔学会発表〕 計6件（うち招待講演 3件/うち国際学会 0件）

1. 発表者名 笹岡 俊輔, 宮本 潤示
2. 発表標題 プラズマ窒化処理メカニズム解明に向けた各室素種の影響
3. 学会等名 日本熱処理技術協会第92回（2021年秋季）講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 宮本 潤示
2. 発表標題 誘電体バリア放電を用いた大気圧プラズマにより窒化された鋼のトライボロジー特性
3. 学会等名 日本熱処理技術協会第91回（2021年春季）講演大会（招待講演）
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 宮本 潤示
2. 発表標題 プラズマ窒化処理をベースとした複合処理の特性
3. 学会等名 省エネルギーに資する先進表面改質研究会（招待講演）
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 井上 貴寛, 宮本 潤示
2. 発表標題 電子ビーム励起プラズマ窒化における処理時間がトライボロジー特性に与える影響
3. 学会等名 トライボロジー会議2020秋別府
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 天野 裕大, 宮本 潤示
2. 発表標題 プラズマ窒化処理された工具鋼の潤滑特性に関する研究
3. 学会等名 日本熱処理技術協会第11回中部支部講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 宮本潤示
2. 発表標題 金型用鋼のプラズマ窒化処理
3. 学会等名 日本熱処理技術協会第95回（2023年春季）講演大会（招待講演）
4. 発表年 2023年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

大同大学宮本研究室  
<https://www.daido-it.ac.jp/~j-miya/index.html>

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------