

## 機械部品・工具等の表層改質に関する研究'

## - イオンプレーティング膜のトライボロジ特性 -

機械金属部 鴨志田 武

## 1. 緒 言

工業技術が益々きびしくなって行かざるを得ない状況の中で、多くの機械部品や工具等も極限的環境や苛酷な接触条件で使用され、しかも高い信頼性が要求されている。

金属材料の表層改質技術は、使用目的などにより数多くの処理が行われている。これらの表層改質技術の中でイオンプレーティング法は、Bunshah らの活性化反応蒸着<sup>1)</sup>(ARE 法)による TiC 膜の生成の発表以来、低温で硬質膜生成が可能なことから注目を浴び、その後の技術的な発展がめざましい。現在、切削工具などに実用化されてきている。この被膜の摩擦・摩耗に関しては、切削工具、ドリル刃、金型などへ被覆し、その耐久性を調べた実用的な試験が多く、基礎的なトライボロジ特性はあまり調べられていない。このような背景から、本研究では各種潤滑油下での摩擦特性、耐摩耗性、および基板粗さ、極圧剤の影響、連続荷重下によるひっかき剥離挙動、超音波顕微鏡による密着性について検討した。

## 2. 実験方法

## 2.1 大越式迅速摩耗試験

SKD11 鋼上に被覆した TiN、TiC の基板粗さの影響と潤滑油特性について試験を行った。被膜はアーク放電形イオンプレーティング法により外注被膜した。基板粗さは #240, #1000, パフ研磨の 3 種類とし、膜厚は表 1 に示す。潤滑条件は無潤滑、パラフィン系高純度鉱油(P-500)、P-500+SP 添加剤(4.5%)とし、すべり速度 0.51m/s, 3.62m/s, 最終荷重 19.8kgf, すべり距離 600mm とした。相手材は SK-3 で硬さは HRC 52~53 とした。

表 1 被膜の種類と膜厚

| 膜の種類   | 膜厚(μm)  |
|--------|---------|
| TiN    | 2.0     |
| Ti+TiC | 0.3+0.7 |

## 2.2 潤滑油特性試験

往復動摩擦試験機により TiN の常温での潤滑特性について調べた。試験片の形状はボール(3mm/φ)オンディスクで、ボールは SUJ 2 軸受鋼、平板は SKD 11 鋼を基板として TiN を 2μm ほどこした。鉱油 2 種類、エステル系合成油 3 種類、エーテル系合成油 3 種類ならびに無潤滑下で TiN 膜同士の摩擦特性を調べた。試験条件は、大気中、室温において、すべり速度 2mm/s, 荷重 1.5kgf, 摩擦回数は 1,000 回繰り返し摩擦した。

### 2.3 連続荷重下のひっかけ摩擦

改造した連続荷重式ひっかけ試験機を用いて  $10 \times 10 \times 70\text{mm}$  の SKD 11 鋼面に被覆した TiN ( $2\mu\text{m}$ ), Ti( $0.5\mu\text{m}$ )+TiN( $1.5\mu\text{m}$ ), Ti( $0.3\mu\text{m}$ )+TiC( $0.7\mu\text{m}$ )を  $50\mu\text{mR}$  のダイヤモンドライダーでひっかいた。速度  $1\text{mm/s}$ , ひっかけ幅は  $50\text{mm}$  でその間, 荷重は  $0 \sim 240\text{gf}$  まで変化する。AE センサーを試料にはり付け, ひっかけにより被膜に破壊・剥離を生じる限界荷重を測定した。一度のひっかけで破断が生じなかった場合は初期荷重を  $200\text{gf}$  とし  $440\text{gf}$  まで変化させた。

### 2.4 超音波顕微鏡による密着性の評価

コーティングした下地材料の界面に生じた剥離を観察することにより, 付着力および剥離過程の評価を行った。評価方法はピッカース, スープ圧痕を用い荷重  $1\text{kg} \sim 20\text{kg}$  で圧痕間距離を変えて超音波顕微鏡により評価した。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 摩耗に及1ます基板粗さおよび油潤滑の影響

大越式迅速摩耗試験による試験結果を図1に示す。

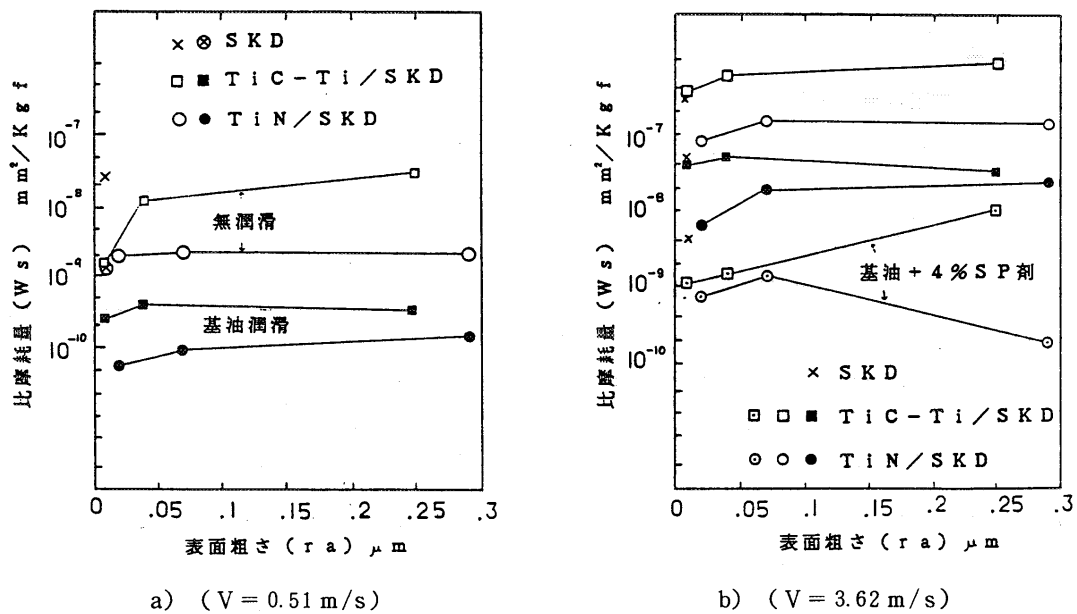
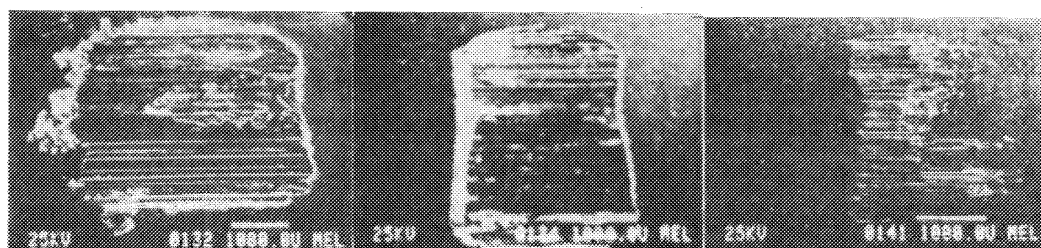


図1 基板粗さと比摩耗量の関係

すべり速度 3.62m/s での摩耗痕の状態を SEM により観察した結果を図 2 に示す。



SKD11



SKD11 / Ti + TiC



SKD11 / TiN

a) 無潤滑

b) パラフィン系高純度鉱油  
(P-500)潤滑

c) P-500 + SP 剤 (4.5%)  
添加

(3.62 m/s, 600 m, 19.8 kg f)

図 2 摩耗痕の SEM 像

TiN は低速度,高速度域の無潤滑,油潤滑下ともに,非コーティング材に比較して耐摩耗性が優れている。また, TiC に比較しても比摩耗量は少ない。これは TiC に比較して膜厚が厚いことと,摩擦面がかなりの高温になるため熱安定性の高い TiN のほうが摩耗が少なかったと思われる。基板粗さが変化した場合 3.62m/s, P-500 潤滑下でやや差がでた程度で全体的に表面粗さの影響は見られなかった。TiC は基板粗さの影響が大きく #240 仕上げのものは,非コーティング材に比較しても同程度か,それ以下であった。しかし, #1000, バフ仕上げと表面粗さが少さくなるほど耐摩耗性の向上は著しい。これ

はTiNに比較して膜厚が薄く硬度が高いために基板粗さが荒いほど衝撃的な力に弱く摩耗試験の初期において膜が剥離、破壊され摩耗粉となりアブレッシブ摩耗が進行しやすくなったと思われる。

SEMにより摩耗痕を観察すると3.62m/s無潤滑では、いずれも膜が破壊され素地がでている。パラフィン系高純度鉱油潤滑下では無潤滑に比較し、いずれも耐摩耗性が向上している。これにSP剤を添加したものは著しく耐摩耗性が向上しており試験後も被膜は破壊されていない。今回の試験法では一定走行距離後の摩耗痕の幅より比摩耗量を算出するため、被膜がすでに破断しているときには、コーティング膜と基板材料との平均摩耗量を測定することになり、コーティング膜そのものの比摩耗量や耐摩耗寿命を測定できない。今後はコーティング膜の寿命を測定する方法3)を検討する必要があると思われる。

### 3.2 各種油潤滑下の摩擦特性

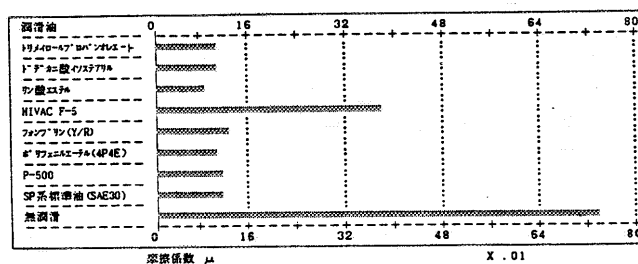
鋼同士と TiN 膜同士の潤滑油特性について

て図3に示す。鋼同士では拡散ポンプ油として用いられるフェニルシリコン油以外は $\mu$ 値は0.1程度であったのに対してTiN同士では、高い値を示したポリフェニルエーテル以外の摩擦係数は鋼よりやや高い0.12~0.15を示した。1,000回の摩擦で一部の試料でTiN膜の摩耗、球もしくは基板の露出が認められた。このため図3には必ずしもTiN同士の摩擦係数を示すものではないものも含む。この原因は一部に密着の十分でない被膜を含むためと思われる。

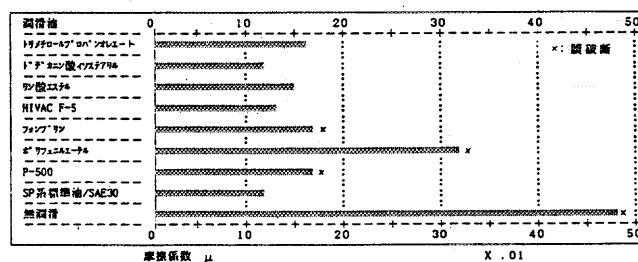
### 3.3 連続加重下のひっかき剥離挙動

図 4 に各被膜について測定した限界荷重を示した。TiN 膜の AE 発生限界荷重は TiC 膜より 1.5 倍大きく、また基板との間に Ti 膜を介在させたことにより限界荷重はや

や増した 0 ひっかき痕を SEM で観察すると、TiC 膜の場合、被膜が痕内から完全に剥離脱落しているのに対して TiN 膜は痕周辺が起点となってクラッキングを断続的に引き起こしている。特に Ti が中間膜にある場合のクラッキングの大きさは小さくなった。超音波顕微鏡で TiN 膜と Ti+TiN 膜を観察したところ、Ti+TiN では見られない黒い班点が TiN 膜で多数観察された。これは被膜界面の接合



a) 鋼 (SUJ-2 / SKD 11)



b) TiN

図3 鋼とTiN膜の潤滑油下の摩擦係数

状態が不良な箇所と判断される。

このような箇所とクラッキング  
の存在頻度とがほぼ対応してい  
そうなところから痕周辺での破壊  
の起点となっていると推定される。

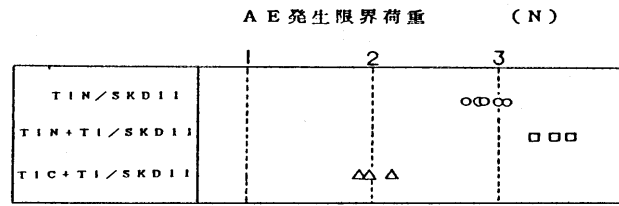


図4 AE発生限界荷重  
(50 $\mu$ m R ダイヤモンドライダー, 大気中無潤滑)

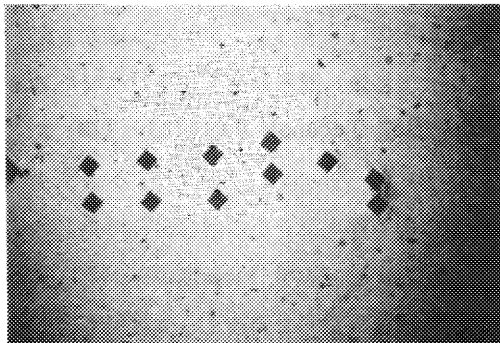
### 3.4 超音波顕微鏡による密着性の評価

TiN膜のビッカースおよびヌープ硬さによる試験条件を表2に, 結果の1例を図5に示す。

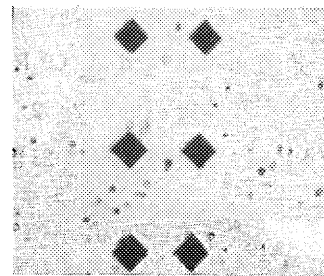
表2 ビッカース, ヌープ硬さによる荷重と圧痕間距離

| ビッカース   |                  | ヌープ     |                  |
|---------|------------------|---------|------------------|
| 荷重 (kg) | 圧痕間距離 ( $\mu$ m) | 荷重 (kg) | 圧痕間距離 ( $\mu$ m) |
| 1       | 60 ~ 100 (10)    | 1       | 20 ~ 60 (10)     |
| 5       | 120 ~ 240 (30)   | 5       | 40 ~ 80 (20)     |
| 10      | 180 ~ 300 (30)   | 10      | 60 ~ 140 (20)    |

( )内は増分



Hv 5 kgf (×50)



Hv 5 kgf

図5 a) 光学顕微鏡像

b) 超音波顕微鏡像

上記の条件により圧痕を押しその圧痕を超音波顕微鏡により観察したが, 今回の試験では界面部に剥離現象は観察されなかったので密着性はほぼ良好であったと思われる。ヌープ硬さで 20kg 荷重で押したものは周辺にクラックが入り密着性の評価はできなかった。今後は試験条件と密着性評価基準の作成が必要と思われる。

#### 4. 結 言

イオンプレーティングで生成した TiN, TiC 膜の各種試験によりトライボロジ特性を試験した結果以下の結論を得た。

- 1) TiN 膜は非コーティング材に比較し耐摩耗性が高く,基板粗さが変化しても耐摩耗性に大きな影響はなかった。
- 2) TiC 膜は基板粗さの影響が大きく,粗さが鏡面になるほど耐摩耗性は向上する。
- 3) SP(極圧剤)を添加することにより著しく耐摩耗性は向上する。
- 4) TiN 膜の各種油下での摩擦係数は鋼同士に比較しやや高く例外的に HIVAC 500 についてだけ TiN 同士のほうが低い。
- 5) TiN 膜のひっかきによる限界荷重は TiC に比較し 1.5 倍程度高く,中間に Ti 膜を施すことにより密着性は改善される。
- 6) AE センサーと超音波顕微鏡により, コーティング膜の剥離挙動の解析や密着性の評価が可能である。

イオンプレーティングした TiN 膜は各種試験をした範囲で比較的良好な摺動特性を示した。耐摩耗性を必要とする小型機械要素に適用の可能性があると思われる。

本研究は中小企業大学校の先端技術 1 力月コースの実習として機械技術研究所,材料工学部, トライボロジ課において行ったものである。本研究を遂行するに当り終始御指導を頂いた榎本課長をはじめトライボロジ課の各研究員の各氏および一緒に実験を行った長野工試の西山氏,鳥取工試米子分場の金田氏に深く深謝いたします。

#### 参考文献

- 1) R.F.Bunshah and A.C. Raghuram:J.Vac.Sci. Technol.9(1972) 714
- 2) 山中一司:金属 1985.2 2
- 3) 榎本祐嗣:潤滑学会誌 第 23 巻,第 12 号(1978) 912