

# イオンプレーティング窒化物膜の潤滑下における摩擦, 摩耗特性

機械金属部 鴨志田 武

## 1. はじめに

Bunshahら<sup>1)</sup>の活性化反応蒸着(ARE)法によるTiC 膜の生成の発表以来,いわゆる反応性イオンプレーティング膜による生成技術が500°C以下の低温で硬質膜生成が可能なる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。装置周辺技術としては反応蒸着種のイオン化効率の向上を図った各種の方式が示され,いろいろな硬質膜の生成が可能となった。特に,TiN 膜は耐摩耗特性や装飾性に優れており,生成条件とモルフォロジが詳しく調べられ, TiCN 複合膜, TiN-Ti 多重膜など高グレード化も検討されてきた。これらのイオンプレーティングは,切削工具や装飾品に実用化され利用範囲も拡大されつつある。この被膜の摩擦・摩耗に関しては,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著者らは,イオンプレーティング膜のトライボロジ特性を幅広く検討してきた<sup>2) 3)</sup>。本研究は窒化物膜(TiN, CrN)の油潤滑下における摩擦・摩耗試験により耐荷重性能,摩耗に及ぼす荷重,速度及び油剤の影響について非コーティング材と比較検討したのでここに報告する。

## 2. 実験方法

今回使用した試験機は,ASTMにも採用されているFALEXmode#1 潤滑油試験機を用いた。試験片形状は円筒一平面の接触である。この試験片の両接触面にHCD法イオンプレーティングによりTiN, CrNを被覆した。生成した被膜は,ヌープ硬さにより被膜硬さをX線回析法により被膜の同定を行った。また,連続荷重下のひっかき試験<sup>4)</sup>により密着性の評価も行った。摩擦摩耗試験条件については各項目で述べる。表1に試験片形状とコーティング条件を示す。

## 3. 実験結果

表1 試験片形状とコーティング条件

試験片	寸法 (mm)	材質	硬さ (HRC)	コーティング条件				
				生成膜	膜厚	方式	基板温度	被膜硬さ
リング	φ35×10	SAE 4620	58~63	TiN, CrN	3μm	HCD	450°C	HK 2600
ブロック	16×10×6	SAE 01	"	" "	"	"	"	"

### 3.1 生成膜の特性

生成した被膜のヌープ硬さを荷重10~100gfで変化させて測定した。母材の硬さはHK640~750であったのに対し, TiN, CrN 膜は荷重10gfでHK2600,荷重100gfでHK1200程度であった。X線回

析法により被膜の同定を行った結果, TiN 膜は(111)面に優先配行したTiN の生成が確認された。CrN 膜はCrN からの回析ピークが確認できなかった。この被膜はEPMA 分析により窒素の存在が確認され,また被膜の硬さが相当硬く,結晶配行性も認められないことからCrN の完全な化学量論的組成になっていないと思われる。

生成被膜の密着強度は50 $\mu$ mR のダイヤモンドライダーでひっかいた。ひっかきにより被膜に剥離・破断の生じる限界荷重をAE センサーにより測定した。その測定結果は,図1 に示すようにTiN 膜が3.8N, CrN 膜が1.6N 程度であり剥離の形態も違っている。剥離の生じた限界荷重付近のSEM 像を図2に示す。TiN 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のに対し, CrN は痕内から完全に剥離脱落し痕周辺も大きく剥離している。

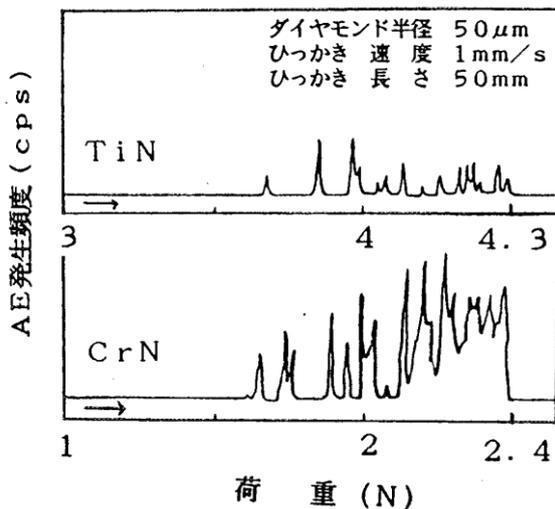


図1 連続荷重下のひっかき剥離試験

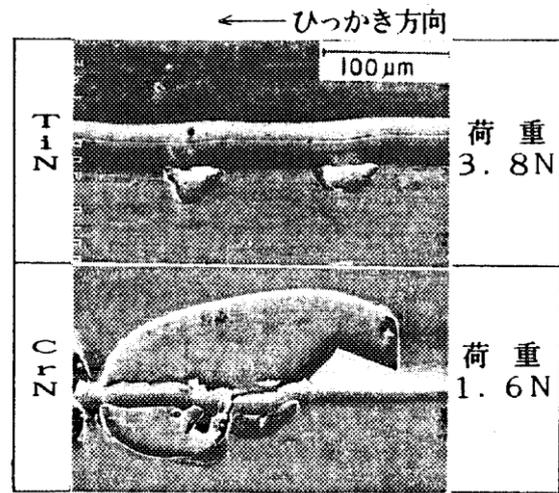


図2 剥離部のSEM部

### 3.2 耐荷重試験

マイコン制御化したmodel #1 試験機<sup>5)</sup>により3 種類の油剤について評価した。油剤は(A):耐摩耗性作動油(B): O/W エマンジョ/C):フェニルシリコン油であり各々の粘度及び粘度指数を表2に示す。試験はまず,速度一定で荷重を低い方から順に増加させた。摺動表面性状に対応する経過を考

慮し,種々な速度(V)荷重(L)試験時間(T)に対してV・L・T の積が一定になる様を選び試験を行った。その間に試料温度,油温,摩擦力を監視し,その急激な変化あるいは算出した摩擦係数の値から焼き付きを判断し,その時の荷重を記録し,この荷重を耐荷重能と判断した。

表2 用いた油の粘度と粘度指数

	A 油	B 油	C 油
	S P 耐摩耗性 作動油	O / W (95% H <sub>2</sub> O) エマルジョン	フェニル シリコン油
動粘度 40 $^{\circ}$ C	32 cSt	0.765 cSt	160 cSt (25 $^{\circ}$ C)
粘度指数	115	.....	.....

各油剤につき各速度で焼き付きが生じた限界荷重は 表3 中の A,B,Cで示した欄に相当する値であった。焼き付きの判断は摩擦係数が0.22 を越えることを基準とした。TiN 膜はA 油,B 油とも最

終荷重後も焼き付きを生じず,非コーティング材,CrN 膜に比較して耐荷重能が高いことを示している。CrN 膜は,非コーティング材に比較してA 油では劣っておりB 油では耐荷重能が高くなっている。また,320rpm 以下の速度においてA 油よりもB 油の方が耐荷重能が高い。C 油はTiN,CrN,非コーティング材いずれに対しても摩擦係数が高く変動も大きく低荷重域で焼き付きを生じ耐荷重性能が非常に劣る。その中でTiN は非コーティング材に比較してやや良好であった。この結果はC 油潤滑下での摩擦試験の結果<sup>4)</sup> に対応している。

表3 耐荷重能試験条件と焼き付き時間

速度 (m/s) 荷重 (N)	20rpm 0.0366	80rpm 0.1465	320rpm 0.586	1280rpm 2.345
0.75 kgf 73.5N	◎ □ △ 5:41:20	△ 1:25:20	△ 21:20	5:20
1.5 kgf 147N	↓ 2:50:40	□ □ 42:40	◎ □ 10:40	2:40
3.0 kgf 294N	↓ 1:25:20	◎ 21:20	5:20	1:20
6.0 kgf 588N	↓ 42:40	10:40	2:40	△ □ △ 40
12.0 kgf 1176N	△ 21:20	△ 5:20	□ 1:20	□ 20
24.0 kgf 2352N	↓ 10:40	2:40	△ 40	◎ 10
31.88 kgf 3123.75N	↓ 5:20	1:20	△ 20	5

TiN ○ 油: 耐摩耗性作動油 □ 油: O/W エマルジョン ◎ 油: HIVAC F-5  
 CrN □ 油: 耐摩耗性作動油 △ 油: O/W エマルジョン ○ 油: HIVAC F-5  
 SAE01 △ 油: 耐摩耗性作動油 △ 油: O/W エマルジョン △ 油: HIVAC F-5

20rpm,320rpm 時の各荷重における摩擦係数を図3 に示す。摩擦係数は,全体的に,軽荷重において高く荷重の増加にともない減少し294 N 以上では比較的安定した。TiN 膜ではA 油の方がB 油に対して,いずれの速度,荷重域でも摩擦係数が低い。

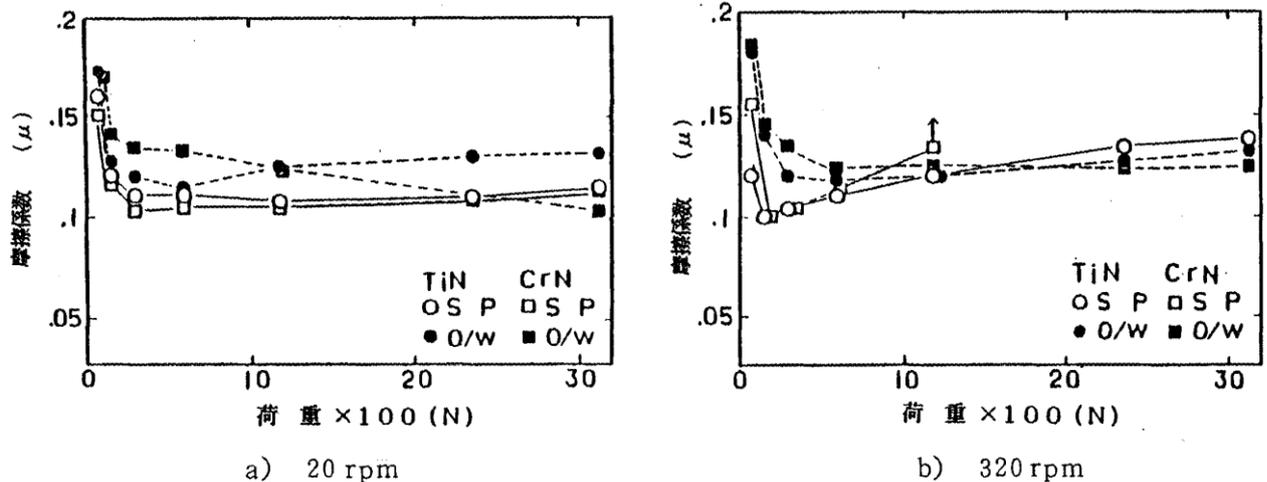


図3 荷重と摩擦係数の関係

### 3.3 摩擦摩耗試験

耐荷重試験において焼き付きを生じなかった範囲内で荷重を一定にし速度を低速→高速→低速→高速と変化させる。その各段階での摩擦時間は荷重を変化させた時と同じくL・V・T の積が一定とした。この接触形式の摩擦試験では,摩擦試験直後に大量の摩耗が生じ摩耗量に大きな誤差が生じることが知られている<sup>6)</sup>。

従って今回の試験では速度640rpm,荷重98N で8 分間ならし運転を行い初期の急激な摩耗を終了させてから実験を行った。試験中に,摩擦力,試料温度,油温を連続的に測定し,全課程終了時に摩耗量,表面粗さの測定を行った。図4 はストライベック曲線に対応するもので,  $\mu-V/L$  の関係を示している。TiN, CrN とともに,境界潤滑ないし混合潤滑域にあることが推定される。TiNの場合, A 油とB 油を比較すると,低荷重域において大きな差がみられる。荷重73.5 N のA 油潤滑下では速度の増加に伴い $\mu$ は下がるのに対し, B 油潤滑下においては,全体的に $\mu$ が高く,速度の増加とともに $\mu$ はやや上昇している。CrN は,A 油潤滑下において,高荷重ほど $\mu$ が低くなっており何等かの極圧剤が作用していることが伺われる。B 油潤滑下では, 73.5 N において $\mu$ が異常に高い値を示し変動も大きい。また,発熱量と試料温度上昇,摩擦係数の関係をみると, B 油はA 油に比較して摩擦係数が高いにもかかわらず試料温度上昇が少なく,冷却性に優れていることがわかる。

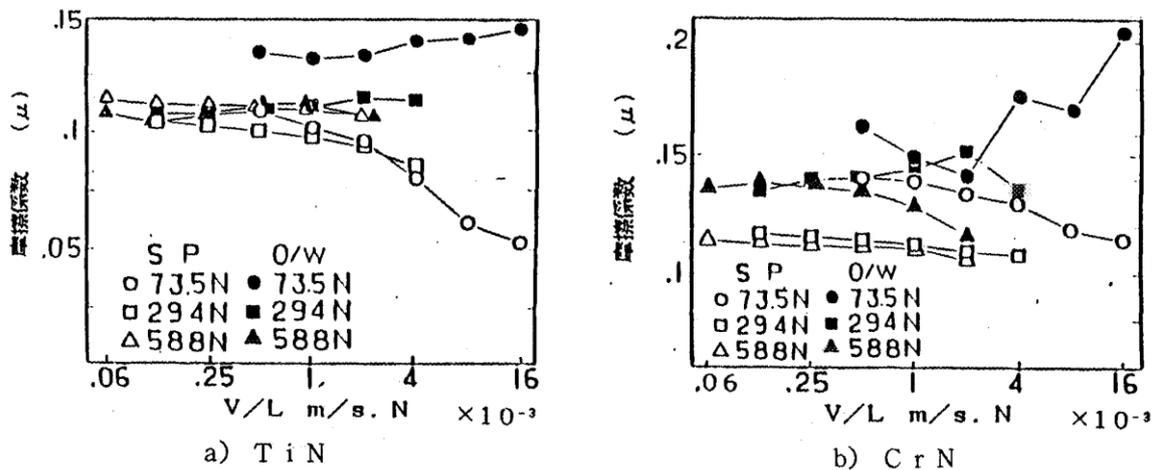


図4 ストライベック曲線

試験後のブロックの摩耗幅から測定した比摩耗量と荷重の関係を図5 に示す。この図からTiN はA油潤滑下においては荷重の増加とともに比摩耗量も増加するのに対し, B 油では逆に荷重の増加とともに比摩耗量は減少した。また,非コーティング材に比較した場合A 油の高荷重域でやや低くなるが,B 油では294 N 以下では比摩耗量は大きくなる。CrN はA 油,高荷重域で比摩耗量は小さいがB 油潤滑下の低荷重域において異常な摩耗量を示した。

表面粗さと比摩耗量の関係を見ると, TiN, CrN とともに比摩耗量の増加に伴い表面粗さも粗くなる。図6,7 に試験後のブロックの摩耗面を示す。

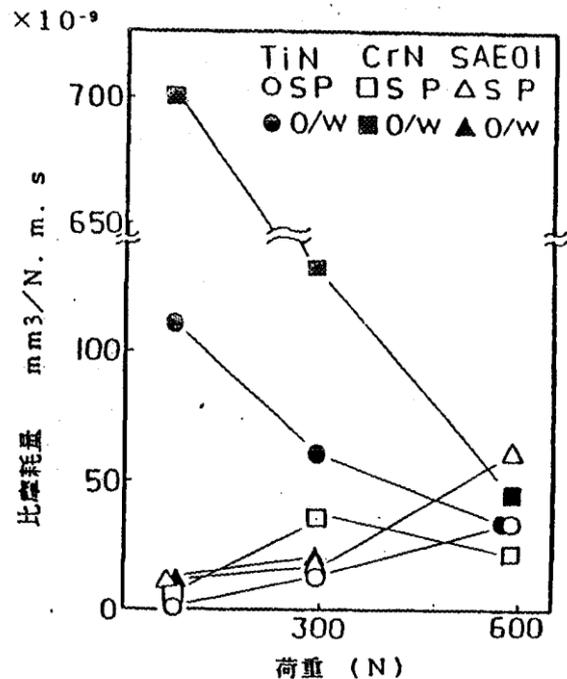


図5 荷重と比摩耗量の関係

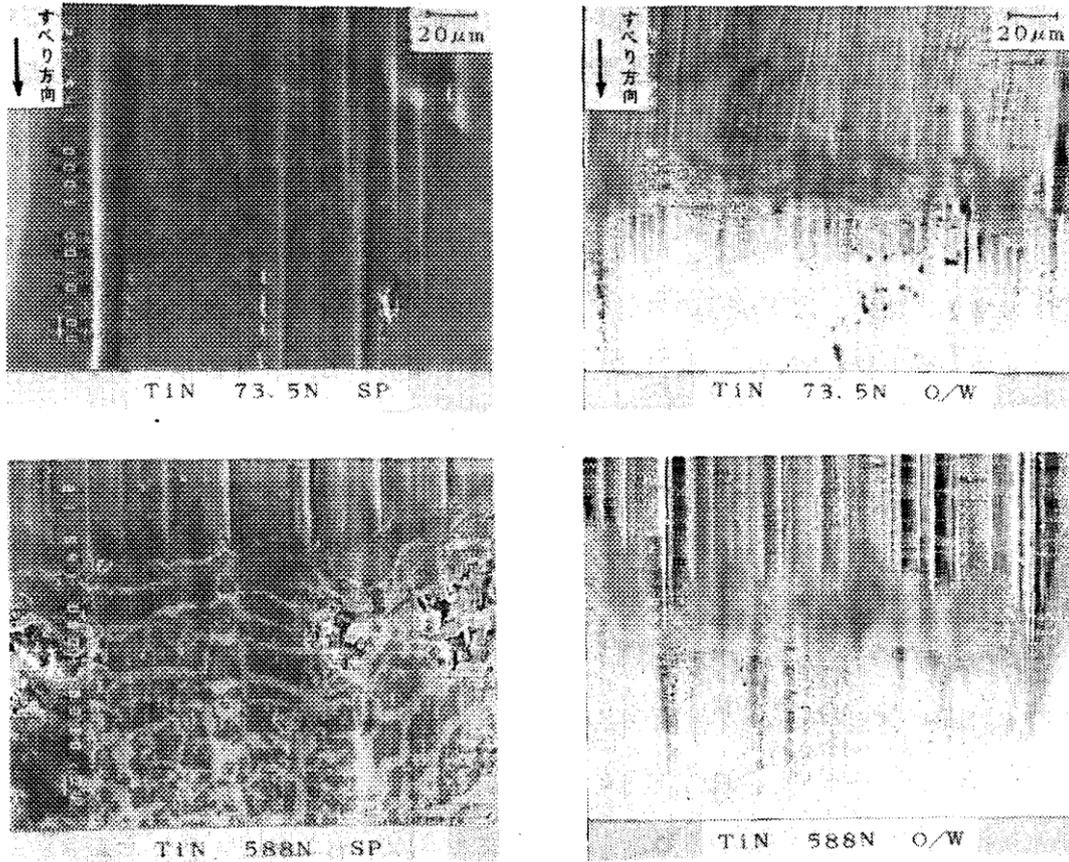


図6 TiNの摩耗面(Block)

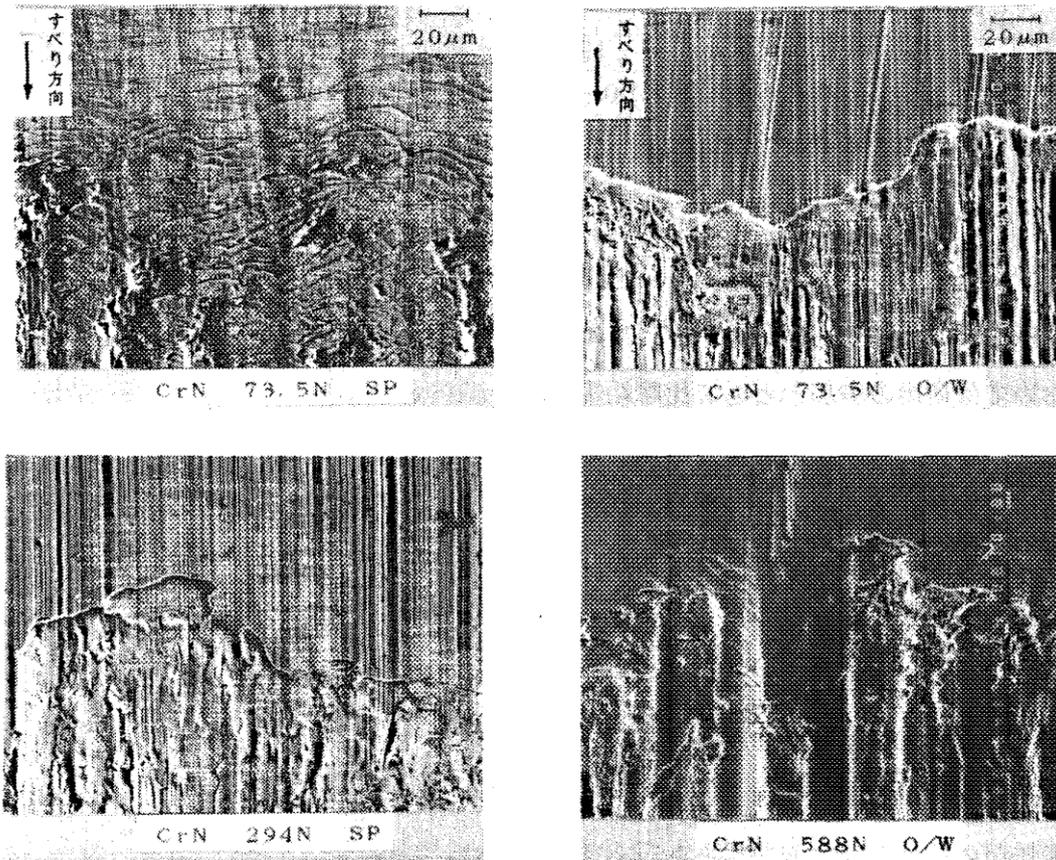


図7 CrNの摩耗面(Block)

TiN, CrN とともに比摩耗量の少ないものほど破壊されたコーティング膜の摩耗面への潜り込みが多い。層状に破壊されたコーティング膜が接触面に残っているか、その量が多いか、少ないかにより摩耗量に大きく影響している。B 油潤滑下の低荷重域において比摩耗量が大きくなった原因として接触面に加わる最大せん断応力の深さや密着性、油剤に関係していると思われる。接触面に加わる最大せん断応力は低荷重ほど浅くなるために、73.5N 付近ではコーティング膜と下地材料の境界あたりに加わり密着性が劣り摩擦係数の高いB 油潤滑下ではCrN 膜が剥離を起こし、この硬質の膜が低荷重のため下地に潜り込むことなくアブレッシブ摩耗を進行させたと思われる。

一方、高荷重になるほど最大せん断応力は深くなることによって膜の剥離よりも下地材料の塑性変形が起こり、コーティング膜が層状に割れ、この割れた被膜が高荷重で押さえつけられて接触面に入って行き、この膜が摩耗の進行を抑制し結果的に摩耗量が小さくなったと思われる。

#### 4. 結論

HCD 法イオンプレーティングにより生成したTiN, CrN 膜の油潤滑下における摩擦摩耗試験の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て高い耐荷重能を示し、また、耐摩耗性作動油潤滑下において比摩耗量は小さくなるが、0/W エマルジョン油- $\Gamma$ においては低荷重領域で比摩耗量は大きくなる。
- 2) CrN 膜は0/W エマルジョン潤滑下においては高い耐荷重能を示すが、SP 油潤滑下においては非コーティング材に比較して耐荷重能が劣る。
- 3)フェニルシリコン油潤滑下ではTiN, CrN 非コーティング材とも耐荷重能は非常に劣る。
- 4) TiN 膜同士、CrN 膜同士の場合非コーティング材に比較して高荷重域においては良好な耐摩耗性を示す。
- 5) SP 油潤滑下では荷重の増加とともに比摩耗量も大きくなるのに対しエマルジョン潤滑下では高荷重ほど比摩耗量は小さくなる。
- 6)イオンプレーティング膜は母材との密着力により摩耗量が大きく変化するので被膜の密着強度を十分に考慮する必要がある。

本研究を進めるにあたり親切な御指導を頂いた工業技術院機械技術研究所材料工学部 トライボロジー課長 榎本祐嗣氏、主任研究官 水原和行氏に深く感謝いたします。

#### 参考文献

- 1) R.F.Bunshah and A.C.Raghuram : J.Vac.Sci.Technol. 9(1972) 714
- 2) 榎本祐嗣 : 潤滑, 31, 8 (1986) 566~572
- 3) 鴨志田ら : 日本潤滑学会第31 期春期研究発表会予稿集(1987) 25~28
- 4) 榎本ら : 機械技術研究所報, 41,2 (1987) 10~22
- 5) 水原和行 : 機械技術研究所報, 38,1 (1984) 1~9
- 6) M.Hirata A.Masko&H.Watanabe : wear,46, 2(1972) 707