

機械部品・工具の表層改質に関する研究 —イオンプレーティング膜の密着性評価試験について—

機械金属部 鴨志田 武

1. 緒 言

PVD, CVD 法などによる硬質薄膜は, 切削工具, 金型, 装飾品などに実用化されてきた。これらの硬質膜を耐摩耗性向上などを目的として利用する場合には, 膜質や母材との密着性が重要な問題となるため, 被膜の剥離強度, 膜のち密さなどの簡便な検査手法が望まれている。しかし, 硬質薄膜の密着性を試験する方法としては数多くの試験が試みられているが, いずれも定量的評価が難しく, また, 再現性にかけるものも多く, 薄膜の密着性を評価するものに十分な手段として確立していない。このニーズに対する密着性の定量的評価法の1つとして, 連続加重方式のひっかき剥離試験が開発され, この装置による試験結果がいくつか報告されている。¹⁾²⁾³⁾

本研究は, イオンプレーティングにより生成した窒化物膜のスクラッチ試験を行い, 膜厚, ひっかきダイヤモンド半径及び油滑剤が剥離限界荷重に及ぼす影響や剥離形態について検討したので, その概要を報告する。

2. 実験方法

スクラッチ試験は, 市販の連続加重によるひっかき試験機に AE センサーを取り付け, 試料の微小破壊に伴って発生する AE 信号を検出し, 急激に立ち上がる荷重を膜の剥離限界荷重(クリティカルロード L_c)として密着性を評価した。

用いたスクラッチ試験機の概略図を図1に示す。

試験片は, ダイス鋼(SKD-11, HRC 60)を鏡面研磨し, これに HRD イオンプレーティング法により TiN, CrN をコーティングした。

作成した被膜の強さは TiN 膜で(HK1700 Load:25g) CrN 膜(HK1600)程度である。

スクラッチ試験条件を表1に示す。ダイヤモンド半径を 10~150 μm に変化させた時の L_c を測定した。TiN 膜は中間層に Ti を介在させた場合も比較した。潤滑剤はパラフィン系高純度銅油(P-500)について CrN 膜により比較検討した。

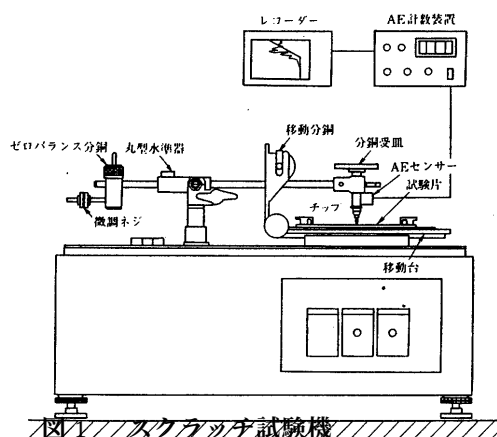


表1 スクラッチ試験条件

茨城県工業技術センター研究報告 第16号

スクラッチ試験後にクリティカルロード近傍を走査型電子顕微鏡により観密し剥離形態の検討を行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 ライダ半径の影響

図2に、ひっかき痕周辺に生じる微小破壊の観察に基づいた破壊様式をモデル的に示した。この図に見られるように、ひっかき痕周辺に生じる微小破壊は、ヘルツクラック、ラジアル、メジアン、ラテラルクラックが、ひっかく粒子の形状やひっかき条件に応じて発生する。

すべり接触下における、ライダ半径(R)と、ヘルツクラックの発生する臨界荷重(P_c)との関係は、 $P_c \propto R^n$ の関係で表わせ理論解析からは $n=2$ が予測されている。一方、実験的には、 $n=1$

～2 の値が報告されている。⁴⁾ 今回の実験においての AE 検出による剥離限界荷重(L_c)とライダ半径の関係を図3、4に示す。

$L_c \propto R^n$ との関係は、TiN 膜で $n=0.8$ であった。CrN 膜ではライダ半径が $50 \mu\text{m}$ 以上では $n=1$ のリニアな関係が見られるが、 $50 \mu\text{m}$ 以下では L_c 値が高くなった。このように、 P_c と R の関係よりも $L_c \propto R^n$ では、 n はやや低くなり、データのばらつきも見られた。これは膜の密着力の不均一性が考えられるが、その他に、ライダ半径が変化することにより剥離形態が違ってくるために、AE の検出が必ずしもヘルツクラックの発生時期と一致しなかったためと思われる。

また、TiN の $3 \mu\text{m}$ のものでは、ライダ半径が

ダイヤモンド半径 (μm)	10, 30, 50, 75, 100, 150	
皮膜の種類	TiN	CrN
膜厚 (μm)	1,1 (0.2Ti+0.8) 3,3 (0.2Ti+2.8)	3
ひっかき速度	1 mm/sec.	
ひっかき長さ	50mm	
荷重	0～6.3 N (0～640 gf)	

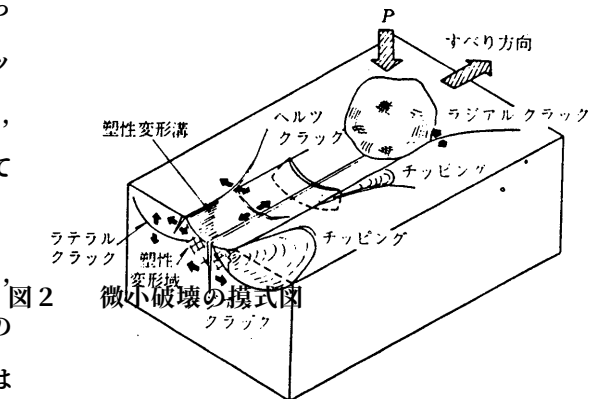
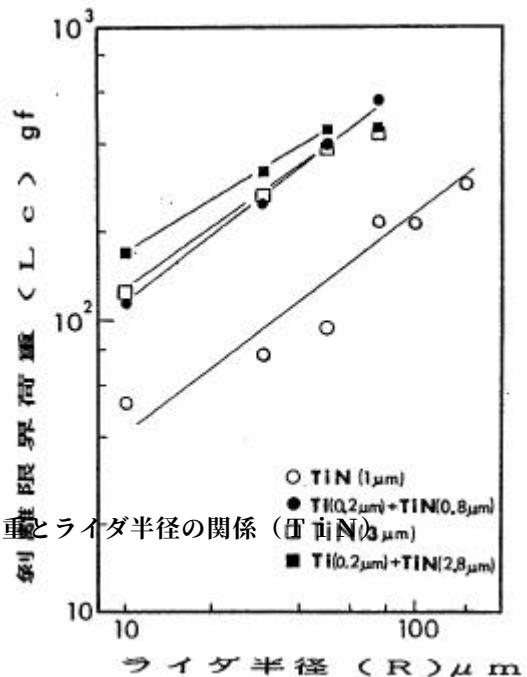


図2



75 μm 以上になるとリニアな関係からはずれ
小さな値を示した。CrN 膜は TiN 膜と同一膜厚
で比較すると L_c 値は全体的に低い値を示した。

3.2 膜厚, 中間層, 潤滑剤の影響

膜厚と L_c との関係は比較的多くの報告がな
されている。これらの報告では, 膜厚と L_c は
ある程度のリニアな関係になることが確認さ
れている。⁵⁾

また, 母材との間に Ti を介在させたものは,
 L_c 値は大きく上昇した。膜厚が 1 μm のものは 3
 μm のものに比較してその効果が大きい。

CrN 膜において, パラフィン系高純度鈹油
(P-500)を潤滑させた場合に L_c 値に大きな変化
は見られなかった。

3.3 剥離形態の観察

TiN 膜のスクラッチ試験後の SEM 像を図 5 に
示す。

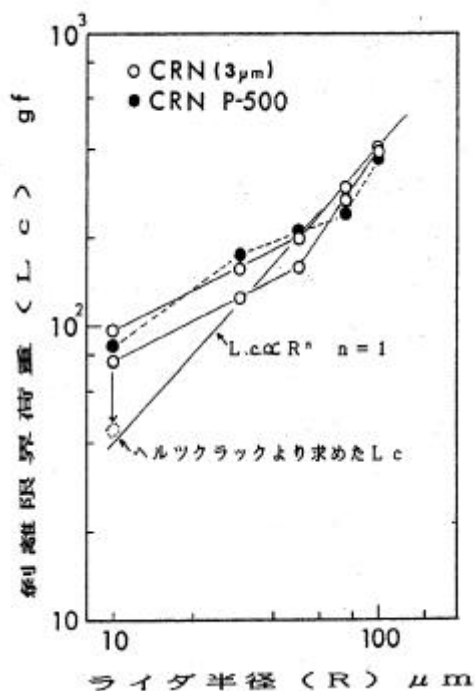


図4 剥離限界荷重とライダ半径の関係(CrN)

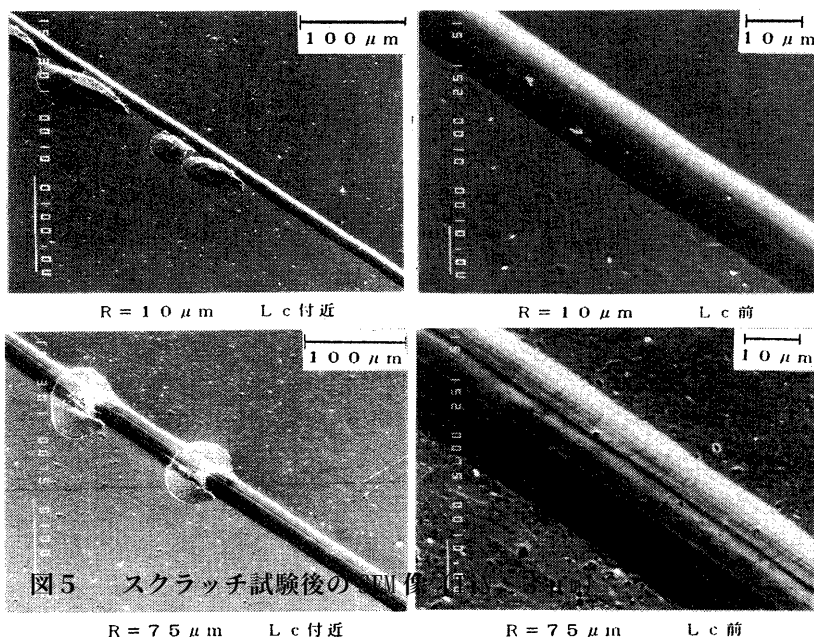
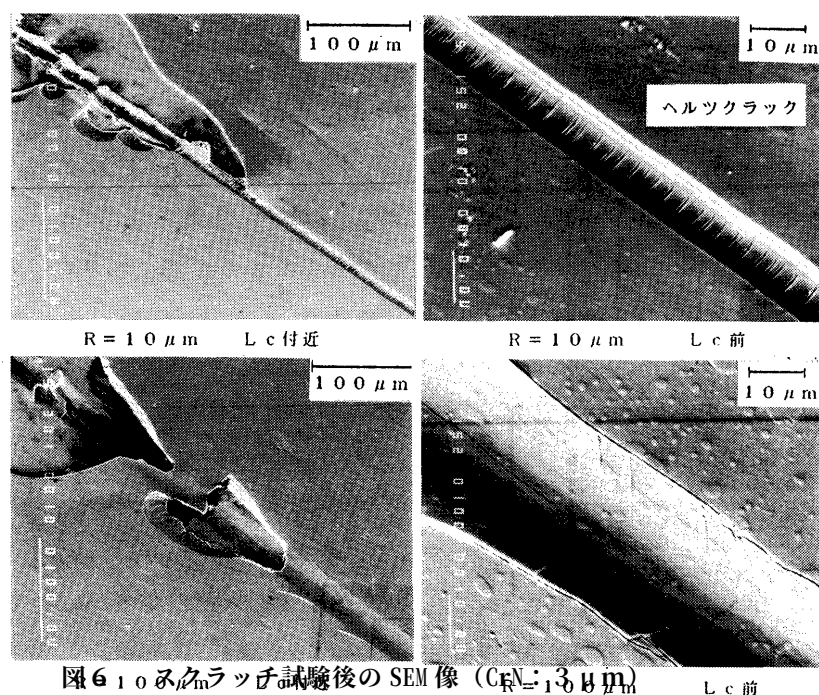


図5 スクラッチ試験後のSEM像

TiN 膜はライダ半径が変化しても剥離形態に大きな差は見られなかった。剥離形態としては、痕周辺よりラジアルクラックが発生し、そこからの貝がら状のチッピングを起こしている。これは、母材と界面との密着力が膜自体の粒子間の結合よりも大きいことが考えられ密着性が高いことを意味している。さらに、Ti を界在させて Lc を上げたものでは、ひっかき痕よりも離れた所でチッピングを起こしている。

図 6 に CrN 膜の SEM 像を示す。



CrN 膜は、ひっかき痕内部のヘルツクラック、痕境界部よりのラジアルクラックから大きく割れ膜と母材との界面で剥離している。この形態は密着性が低い時に現われる。

CrN 膜でライダ半径が小さい場合 ($R=10, 30 \mu\text{m}$) においては Lc 値として検出した値よりも、かなりの低荷重域においてヘルツクラックが発生している。今回用いた検出器では、検出感度などの点において、ヘルツクラックの発生に伴う微弱な AE 信号を検出できなかった。その結果として Lc 値が大きくなってしまったと思われる。このヘルツクラックの発生位置から Lc 値を換算すると $Lc \propto R^n$ の関係で $n=1$ の値に近くなる。

スクラッチ試験で得られた AE 信号の波形・強度はコーティング膜の膜質を評価する上で興味ある情報を含んでいることが考えられるため、AE 波形の解析、周波数解析などを行うことにより、被膜の硬度、韌性、強度、配向性などの関係について検討する必要があると思われる。

4. 結 言

イオンプレーティングで得られた薄膜の密着性評価試験としてスクラッチ試験を行った結果,以下の結果を得た。

- 1) AE 検出によるスクラッチ試験は薄膜の密着性の定量的評価法として有効な手段である。
- 2) 離限界荷重とライダ半径の関係は $L_c \propto R^n$ の関係で表わされ $n=0.8 \sim 1$ 程度である。
- 3) 剥離の形態は,密着力が膜自体の粒子間の結合よりも大きい場合はチッピングを起こし,その逆の場合は母材との剥離として現われる。
- 4) TiN 膜で Ti を介在させることにより密着性は大きく改善される。
- 5) 潤滑剤は剥離限界荷重に大きな影響を及ぼさない。

本研究を進めるにあたり,工業技術院機械技術研究所材料工学部, トライボロジ課長 榎本祐同氏の御教示,御指導を賜ったことを記し,あらためて深く感謝いたします。

参考文献

- 1) P. A. Steinman and H. E. Hinterman; J. Vac. Sci. Technol. A3 (1985) 2394
- 2) 榎 本 ら :TiN, TiC イオンプレーティング膜の摩擦・摩耗特性,機械技術研究所報,41 巻, 2 号(1987)
- 3) 鴨志田武 :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,茨城県工業技術センター研究報告,第 15 号(1987)
- 4) 榎 本 ら:硬脆材料の変形・破壊と摩擦・摩耗(1),機械の研究,37 巻, 1 号(1985)
- 5) 熊 谷 ら:AE センサー付自動スクラッチ試験機による密着性試験について,金属表面技術, Vol37, No9, (1986)