

表面技術

Journal of The Surface Finishing Society of Japan

No.
01
2016 Vol.67

HYGIEX 67(1)1-64(2016)

小特集

表面改質技術

—熱処理およびショットピーニングを中心に



一般社団法人 表面技術協会

<http://www.sfj.or.jp/>

DLC などの硬質薄膜形成に対する WPC 処理の効果

熊谷 正夫

(株)不二 WPC (〒252-0331 神奈川県相模原市南区大野台 4-1-83)

Effect of WPC Treatment to Hard Thin Film Formation Such As DLC

Masao KUMAGAI

Fuji WPC Co., Ltd. (Ono-dai 4-1-83, Minami-ku, Sagami-hara, Kanagawa 252-0331)

Keywords : WPC Treatment, Fine Particle Bombardment, DLC, Surface Texture

1. はじめに

WPC 処理はショット・ピーニングの一種で、微細粒径の粒子を高速で投射する手法であり、微粒子衝突処理ともいわれる。主な目的として、機械構造部材では材料表面への圧縮残留応力付与による疲労強度の向上、金型等では微細ディンプル(凹凸)形状の形成による油保持性の向上による寿命延長など、機械構造部材や自動車関連部材に適用されている。

一方、ダイヤモンドライクカーボン(DLC)をはじめとして Ti 系、Cr 系などの硬質薄膜も、工具、しゅう動部材など幅広く用いられている。硬質薄膜は、一般に、工具応用から始まりしゅう動部材への適用へと使用範囲が拡大されている。工具応用からしゅう動部材への拡大に伴い、必要な膜特性や基材の機械的特性が異なってくる。工具では硬質薄膜を被覆する基材として、超合金をはじめとした高硬度な材料が使用されている。また、表面形状も研磨等を施した鏡面に近いものがほとんどである。一方、歯車、軸受けなどのしゅう動部材は工具と比較して低硬度の材料を用いていることや表面形状も切削あるいは研削のまま用いられているのが主となっている。

硬質薄膜の実用部材の適用にあたっては、使用時の負荷(面圧)、温度や潤滑の有無などの使用条件に対して、硬度、摩擦係数や密着性などの膜特性と基材の表面状態、硬度や疲労特性などの基材の特性との一体化した開発(材料設計)が必要である。基材の改質としては、熱処理を中心に化成処理、プ

ラズマ・イオン処理などが行われている。ここでは、基材の改質法としての WPC 処理が、DLC をはじめとした硬質薄膜の摩擦・摩耗特性や密着性に与える効果について、表面形状の形成を中心として紹介する。

2. WPC 処理について

2.1 WPC 処理の概要

WPC 処理では、数 $10 \mu\text{m}$ 以下の微細粒子を、数 100 m/s で投射する(一般的なショット・ピーニングでは、 0.3 mm 以上の粒子が用いられ、投射速度も数 $10 \text{ m/s} \sim 100 \text{ mm/s}$ である)。投射粒径が小さく、高速なことにより、被投射材表面や投射粒子に大きな塑性変形をもたらす。ショット・ピーニングと WPC 処理による材料表面の変形の様子を模式的に図 1 に示す。WPC 処理は塑性変形を用いた表面改質のため、投射材、被投射材の硬度や延性など機械的特性のちがいににより種々の表面改質が可能となる。

具体的には、硬い(加工硬化性の高い)材料に硬い粒子を投射すれば、被投射材表面に比較的均一なナノ結晶層^{1),2)}や微結晶層が形成される。また、基材表面部への大きな圧縮残留応力の付加も可能である。軟質の微粒子を硬質の基材に投射することにより、軟質材料の表面被覆が可能であり、二硫化モリブデン(MoS_2)やスズ(Sn)の投射による潤滑膜の形成などが行われている。軟質粒子を軟質材料に投射すれば、メカニカル・アロイニングによる軟質材同士の複合表面の形成なども可能で、アルミニウム合金の表面改質^{3),4)}などに適応さ

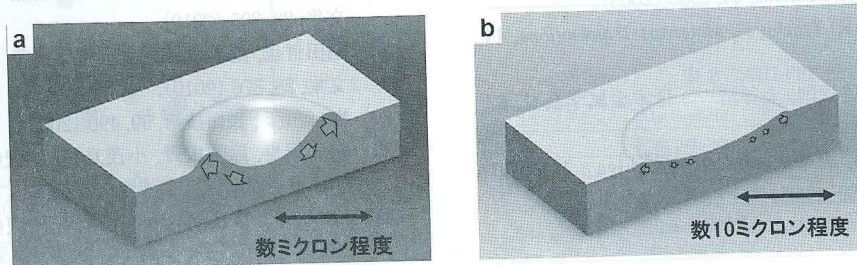


図 1 WPC 処理(a)とショット・ピーニング(b)による材料表面の変形の模式図

れている。

トライポロジー的観点からは、WPC処理は微細ディンプル(凹凸)の形成など、表面形状の形成に対して有用な手法である。WPC処理により形成される表面形状は、投射粒径が数 μm から数 $10\mu\text{m}$ であることから、ディンプル径で $10\mu\text{m}$ 程度、深さがサブ μm 程度のオーダーであり、油保持性の向上による焼き付き防止など潤滑に有効な領域となっている^{5),6)}。

2.2 WPC処理による表面改質層の形成

硬質薄膜に用いられる基材は、一般に、硬質材料が用いられる。WPC処理と硬質薄膜の複合処理の視点から、硬質材料に対するWPC処理の効果について示す。硬質材料表面の塑性変形は、表面層に塑性歪をもたらすため、大きな圧縮残留応力が付加される。また、大きな塑性歪は動的再結晶などによる金属表面層の結晶の微細化・ナノ結晶化なども誘起する。材料表面に付与された圧縮残留応力や微結晶化は、バネ材、歯車など繰り返し応力が加わる機構部品の疲労強度の向上に対して有効に作用する。

WPC処理による鉄鋼材料表面のナノ結晶化の例^{1),2)}を図2に示す。図はSCr420浸炭焼入れ鋼にWPC処理を施した試料の電子顕微鏡観察による暗視野像低倍(a)、高倍(b)ならびに制限視野回折図形(c)である。試料の表層が $0.5\mu\text{m}$ の範囲でナノ結晶化していることが確認される。

圧縮残留応力や金属組織の微結晶化(ナノ結晶化)は表面層の硬度上昇をもたらす。SCr420浸炭焼入れ鋼にWPC処理を施した試料の残留応力ならびに硬度分布の測定例を図3に示す。表面層に 1700MPa 程度の圧縮残留応力が付加され、表面硬度もピッカース硬度(Hv)で750程度から1000程度に上昇していることが確認される。

2.3 微粒子投射処理による表面形状の形成

WPC処理は粒子の断続的な投射により表面に塑性変形をもたらすことから、被投射材料の表面に種々の形状を形成する。形成される形状は、投射する粒子の硬度、粒径や投射速度に依存するが、WPC処理で一般的な球状粒子を用いれば、ディンプル(凹凸)形状が形成される。また、砥粒研磨などの組み合わせにより一定の範囲で形状の制御も可能である。WPC処理により形成される典型的なディンプル形状のレーザー顕微鏡による観察・計測例を図4に示す。WPC処理で通常用いられる $50\mu\text{m}\phi$ 程度の粒子を投射した場合、図中に点

線で示すように、ディンプル(凹み)は径 $10\mu\text{m}\sim 20\mu\text{m}$ 、深さ $0.1\mu\text{m}\sim 0.2\mu\text{m}$ 程度である。形成されたディンプルの形状は自動車部材、機械構造用部品の潤滑油等の油ダマリの形成に適したオーダーと考えられる。また、WPC処理により形成されるディンプル形状は塑性加工により形成されるため、レーザー加工などの様に熱的な影響を受けないことやしゅう動

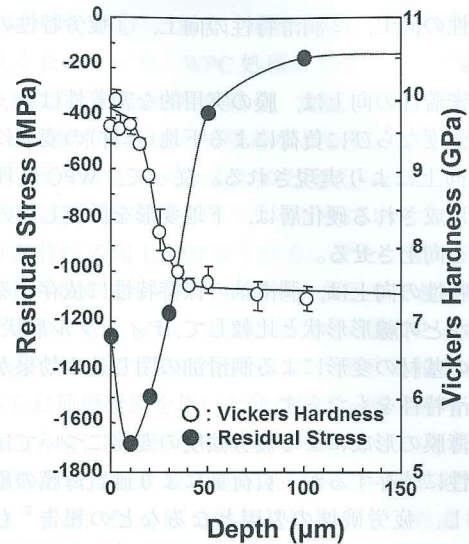


図3 WPC処理によるSCr420浸炭焼入れ鋼表面の硬さ(○)および残留応力(●)分布

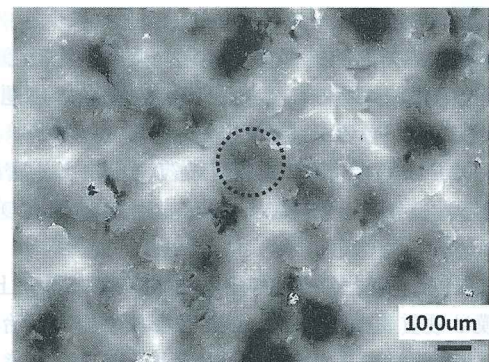


図4 WPC処理により形成されるディンプル形状のレーザー顕微鏡による観察例

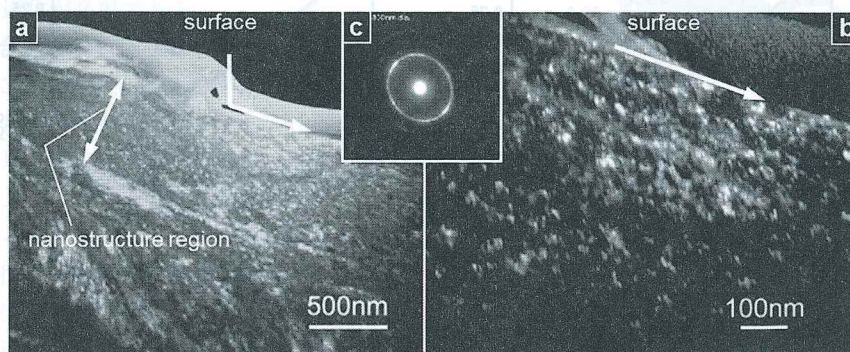


図2 WPC処理によるSCr420浸炭焼入れ鋼表面近傍の電子顕微鏡像
(a)暗視野像(低倍率), (b)暗視野像(高倍率),
(c)制限視野回折図形(視野直径 $0.8\mu\text{m}$)

に影響を与えるシャープ・エッジを形成しないなどの利点がある。さらに、実用的には、歯車や金型など異形材や内面への処理が容易であること、低コストであることなども長所である。

3. WPC 処理と硬質薄膜形成の複合処理について

3.1 WPC 処理と硬質薄膜形成の複合処理の効果

WPC 処理と硬質薄膜形成の複合処理の効果としては、①膜の密着性の向上、②潤滑特性の向上、③疲労特性の向上などがある。

①膜の密着性の向上は、膜の実用的な密着性は膜・下地界面の接合強度ならびに負荷による下地(基材)の変形に対する追従性の向上により実現される。従って、WPC 処理によって表面に形成される硬化層は、下地変形を低減し膜の実効的な密着性を向上させる。

②潤滑特性の向上は、潤滑油の保持特性に依存する。鏡面や加工痕などの線形形状と比較して、ディンプル形状は、しゅう動の際の基材の変形による潤滑油の閉じ込め効果が大きく、良好な潤滑特性をもたらす。

③硬質薄膜の形成による疲労強度の変化については、基材や膜の特性に依存するが、負荷量により硬質薄膜の亀裂が基材に伝播し、疲労破壊の要因となるなどの報告⁷⁾もあり、WPC 処理による圧縮残留応力の付与は、薄膜形成による疲労強度の低下に対して有効に作用し、疲労強度の向上に寄与する。

以上の様に、WPC 処理と硬質薄膜形成の複合処理では様々な効果が期待できる。

硬質薄膜の中で、DLC 膜は高硬度、低摩擦材料として広範囲に適応されつつある。しかし、低密着性など課題も多く、種々の取り組みが必要な材料である。

ここでは、DLC 膜と WPC 処理の複合化による密着性やしゅう動特性に与える効果について、表面形状形成の効果を中心に紹介する。

3.2 WPC 処理との複合による DLC の密着性向上

DLC 膜は硬質潤滑材料として工具などの加工用治具をはじめしゅう動部材にまで急速に使用範囲が広がってきている。

DLC 膜は製造プロセスや成膜条件により、高硬度の ta-C、低硬度の a-C、水素を含有する a-C:H をはじめとして、第三元素として Si, N などを添加しているものまで作製されており、様々な特性を付加することができる。それら優れた特性を有している DLC 膜の最大の課題は、基材への十分な密着性の確保が難しいことである。DLC 膜の密着のメカニズムは十分に解明されているとは言い難いが、中間層の工夫や膜の多層化など実用的な試みがなされている。

DLC 膜の密着性向上のための下地処理(基材の表面改質)では、浸炭や窒化などの熱処理による硬化層の形成が行われている。WPC 処理は、材料表面の硬度上昇をもたらすこと、熱処理などと複合化が容易なこと、硬化の機構としての結晶粒微細化硬化は基材の脆化をもたらさないこと、圧縮残留応力を表層に与えるため DLC 膜による急峻な応力分布を低減することなど DLC 被覆の下地処理として有効な処理である。

WPC 処理で形成される表面形状もまた密着性に影響を与える。以下、表面形状が密着性に与える効果について示す。DLC 膜は様々な特性を有しているため、膜種により得られる効果が異なる可能性がある。ここでは、しゅう動部材への適応を想定し、膜の回り込み、膜硬度などを考慮して、プラズマ CVD により形成した a-C:H⁸⁾ による評価結果について示す。本試験に用いた a-C:H は水素含有量(20~22%)、硬度(20~23 GPa)、残留応力(1.5~1.8 GPa)のものである。また、ラマン分光スペクトルでも典型的な a-C:H の波形が得られている。

基材としてハイス鋼(SKH51)を用い、鏡面ならびに WPC 処理により表面に凹凸(ディンプル)形状を形成した試料を作製し、DLC 膜を被覆した。その際、WPC 処理による表面硬化の影響を低減させるため、両試料表面に TiCN 膜を形成し、DLC 被覆を行った。密着性は Ball on Disk 試験機を用いて、負荷荷重を増加させながら繰り返し負荷を与える連続荷重法^{9)~11)}ならびにロックウェル圧痕試験で評価した。

連続荷重法では、Ball の摩耗や凝着を防止するために 4.0 mmφ のアルミナ(Al₂O₃) ball を使用した。連続荷重法による密着性評価の結果を図 5 に、試験後の表面観察の結果を図 6 に示す。鏡面に DLC を被覆した試料では、10 N の荷重

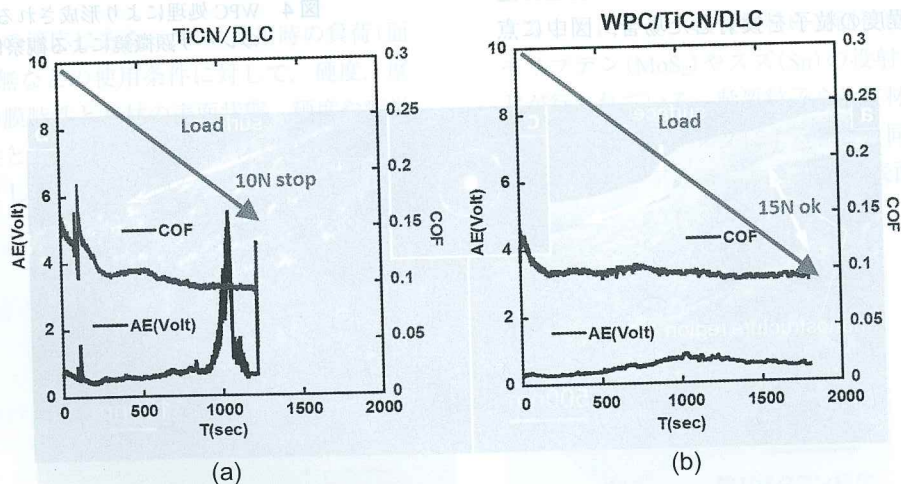


図5 連続荷重法による密着性評価の結果

(a) 未処理(鏡面)基板, (b) WPC 処理

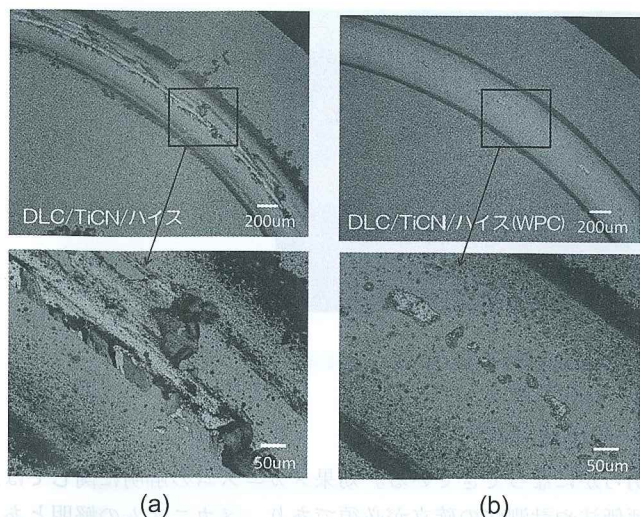


図6 連続荷重法試験後のSEMによる表面観察の結果
(a)未処理(鏡面)基板, (b)WPC処理

で剥離が発生しているが、表面にWPC処理を行い、微細な凹凸を形成した試料では最大荷重の15Nまで、摩擦係数の上昇と破壊に伴うAE信号は観察されていない。しゅう動痕の観察結果でも、WPC処理を施した試料では微細な剥離が観察されているが、鏡面試料では全面にわたって剥離が進行していることが確認される。試験終了時のballの摩耗面の観察でも、最大負荷荷重ならびに試験時間が、鏡面試料(10N, 1200s), WPC処理(15N, 1800s)と異なるにもかかわらず、摩耗径が小さく、摩耗面も綺麗であった。

ロックウェル試験による変形追従性を評価した結果でも、鏡面試料とWPC処理試料とを比較すると剥離や膜浮きの状態が大きく異なり、WPC処理試料の密着性が良好であることが確認され、変形に対する追従性も良好なことが確認されている。

WPC処理による表面形状形成による密着性向上のメカニズムは以下のように考えられる。しゅう動等による負荷により、凹凸形状では不均一変形が起き、DLC膜に微細な亀裂を生成する。微細亀裂は変形追従性向上し、剥離の伝播も低減する。

本結果では、表面形状の形成により相手攻撃性は低下しているが、相手材料の硬度やDLC膜の種類により相手攻撃性が増加する場合も考えられ、WPC処理・DLC複合処理にあたっては、使用条件の最適化が必要である。

3.3 WPC・DLC複合処理のしゅう動特性

WPC・DLC複合処理による効果、とりわけ表面形状形成の主要な効果は摩擦・摩耗特性などのトライボロジー特性の向上である。表面形状の形成によるトライボロジー特性の向上に関しては、表面テクスチャリングとして機械加工、レーザー加工など手法により種々試みられている。それらの手法は、加工速度や複雑形状部材への適応など課題を有している。WPC処理は、微細粒子の投射による表面改質であり、複雑形状部材やパイプ等の内面加工などに対しても容易に処理が可能であり実用性が高い。

クロムモリブデン鋼(SCM415)にWPC処理による表面形状形成後DLC被覆を行い、表面形状によるしゅう動特性の違い

について調べた結果を示す。WPC処理は、処理条件を変化させ表面粗さを変えた2条件で行った。試料の表面粗さは、それぞれ鏡面試料(Ra 0.04; Rz 0.4), 研削面試料(Ra 0.6; Rz 3.7), WPC処理2条件(Ra 0.4; Rz 0.27, Ra 0.6; Rz 3.7)である。

しゅう動特性は無潤滑(dry)条件で、ボール・オン試験により摩擦係数の変化を測定することにより評価した。測定は、6mmφのSUJ2ボールを用いて、荷重5N, 速度10cm/sで行った。環境条件は20℃, 湿度35%である。試験の結果を図7に示す。鏡面研磨試料の場合、摩擦係数の変動が大きく、再現性も良くない。一方、WPC処理によりディンプル形成を行った試料では、摩擦係数が低く、変動も小さくなっている。これは、鏡面試料では水分の吸着などを要因としたスティックスリップ現象が起きているためと考えられる。WPC処理による表面形状の形成によりスティックスリップ現象の抑制やしゅう動特性の向上が確認される。また、WPC処理条件でしゅう動特性が異なるが、試験時の面圧や下地の変形等に依存したものと考えられ、実際に使用する条件と表面形状の最適化が必要である。WPC処理では使用する投射材料、投射条件さらに研磨砥粒を用いた研磨処理を組み合わせることにより、比較的容易に表面形状の制御も可能である。

上記結果から、DLC膜の低摩耗性をより効果的に実現できること、また、DLC膜の耐摩耗性により、形成した表面形状を維持できることなどWPC・DLC複合処理は摩擦・摩耗特性などのトライボロジー特性の向上に有効な手法である。

WPC・DLC複合処理は潤滑下(潤滑油使用時)ではより有効である。潤滑下では、境界潤滑領域や起動時の接触部への潤滑油や添加剤の供給が摩擦抵抗やしゅう動部の低減に寄与する。鏡面形状や切削・研削などの線形形状は接触時の負荷による基材の変形により、潤滑油の保持が困難となる。WPC処理で形成されるディンプル形状は基材の変形により閉じ込められ、非圧縮性液体は接触部へと供給される。DLC膜は、無潤滑時と同様に接触時の摩擦・摩耗を低減することにより、摩擦係数の低減と形状の維持に効果がある。

3.4 WPC・DLC複合処理の実部材への適応

WPC・DLC複合処理の実部材への適応例を示す。自動2

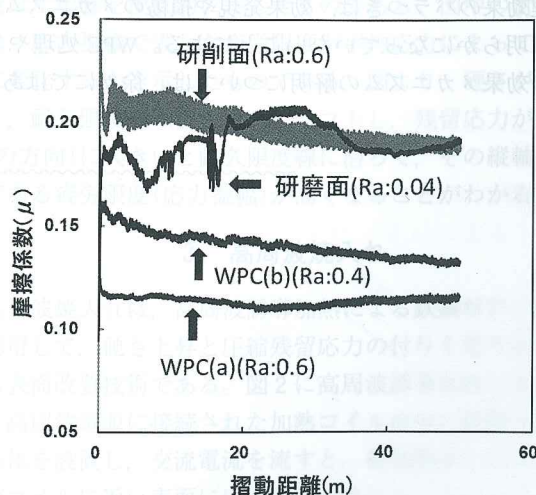


図7 表面形状(研磨面, 研削面ならびにWPC処理)の異なるDLC膜のボール・オン試験結果

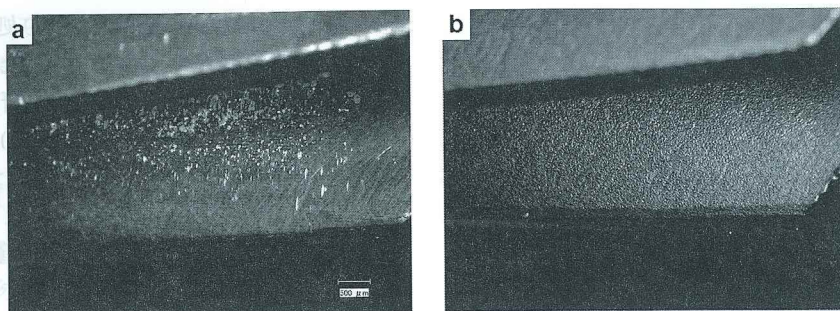


図8 実機試験後のギアの外観観察写真
(a)未処理, (b)WPC処理(粗め)

輪用ギヤボックスを改造した実機試験装置を作製し、WPC・DLC 複合処理の効果を確認した。試料として市販の歯車を用いて、未処理、WPC 処理により粗め、微細の2種類のディンプル形状を形成した歯車に、DLC 被覆を行い、前述の試験装置を用いて、潤滑下での運転試験を行い、外観観察で評価した。未処理、WPC 処理(粗め)の試験後の外観観察の結果を図8に示す。WPC 処理では未処理と比較して刃面の損傷(膜剥離)が低減していることがわかる。

市販の歯車(ギア)類は、表面の加工精度、組み立て精度や各刃面の当たり具合によるバラつきなど標準的な試験片を用いた結果が必ずしも反映するとは限らないが、本結果から、WPC・DLC 複合処理の効果が実用部材でも確認できる。

4. おわりに

WPC 処理や DLC 被覆などの表面改質は、多くの未解決な課題を有しながらも、実用的に様々な分野で用いられてきている。実機での使用では、その効果は様々であり、顕著な改善効果がみられるものや殆ど効果が得られない物などが存在しているのが現実である。WPC 処理や DLC 被覆などの表面改質の使用状況では、工具、金型や潤滑部材など使用目的も様々であり、使用される面圧、潤滑の有無(潤滑剤、添加剤の種類)などの使用条件も異なっている。また、大きな問題として使用者から処理メーカーへのフィード・バックが十分でないなどの課題がある。

処理効果のバラつきは、効果発現や損傷のメカニズムが完全には明らかになっていないことによる。WPC 処理や DLC 被覆の効果メカニズムの解明については、徐々にではあるが

明らかになってきている。効果メカニズムの解明に関しては、評価法や計測法の確立が必須であり、メカニズムの解明とあわせて今後の課題と考えられる。

表面処理(改質)は、これからますます拡大する分野であり、WPC 処理・DLC 複合処理に限らず、各種の複合処理が重要となってくると考えられる。複合処理の進展にあたっては、固有技術を有する企業間のオープンな連携などがますます重要であると考えられる。

(Received November 5, 2015)

文 献

- 1) 高木眞一, 熊谷正夫, 伊藤裕子, 小沼誠治, 下平英二; 鉄と鋼, **92**, (5), 318 (2006).
- 2) 高木眞一, 熊谷正夫; 精密工学会誌, **72**, (9), 1079 (2006).
- 3) T. Horiuchi, M. Kano, K. Yoshida, M. Kumagai, T. Suzuki; *Tribology Online*, **5**, (2), 136 (2010).
- 4) 中村紀夫, 高木眞一; 軽金属, **61**, 155 (2011).
- 5) 熊谷正夫; 潤滑経済, (10), 12 (2011).
- 6) 佐々木信也; 潤滑経済, (2), 6 (2009).
- 7) 塩沢和章, 友坂敏信, 韓玲, 本林功; 日本機械学会論文集(A編), **60**, (571), 626 (1994).
- 8) 熊谷正夫, 高木眞一, 矢ヶ部文哉, 神保嘉雄, 長谷川祐史; 表面技術, **57**, 428 (2006).
- 9) T. Horiuchi, K. Yoshida, M. Kano, M. Kumagai, T. Suzuki; *Tribology Online*, **5**, (3), 129 (2010).
- 10) T. Horiuchi, K. Yoshida, M. Kano, M. Kumagai, T. Suzuki; *Plasma Process. Polym.*, **6**, 410 (2009).
- 11) 熊谷正夫; *Mechanical Surface Tech.*, (12), 23 (2013).

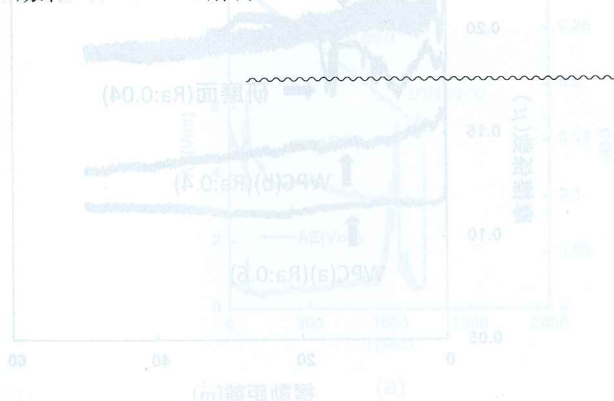


図9 WPC処理による表面粗さ(Ra)と表面損傷(膜剥離)の関係 (粗め)