

昭和41年5月23日 第3種郵便物認可
2018年1月15日発行・毎月1回15日発行

〔第63巻〕
〔第1号〕

ISSN 0915-1168
CODEN : TORAE0

トライボロジスト

JOURNAL OF JAPANESE SOCIETY OF TRIBOLOGISTS

Vol.63 / No.1 / 2018

一般社団法人 日本トライボロジー学会

特集・機能性炭素系コーティングの
トライボロジー

SPECIAL ISSUE ON TRIBOLOGY OF
FUNCTIONAL CARBON COATINGS



微粒子投射処理と硬質薄膜形成の複合処理について

熊谷 正夫*

Combined Treatment of Fine Particle Bombarding and Hard Thin Film Coating

Masao KUMAGAI*

Abstract

When using thin films to practical parts, not only the film properties such as hardness and lubricity, it is also necessary consider such adhesion and surface texture. There are dependent on the substrate, it is necessary to develop in consideration of properties of the substrate, such as hardness and fatigue strength. Surface modification is an effective way as the method to control the properties of the substrate material. It introduces FPB (Fine Particle Bombarding) as one of the surface modification methods. FPB is a kind of the shot peening, but is a method of projecting particles finer than normal at high speed. The projection of high-speed fine particles can bring large plastic deformation on the substrate surface. Plastic deformation causes giving of compressive remaining stress and formation of micro-dimples in a substrate material surface, and improves fatigue strength and the sliding properties.

Key Words : fine particle bombarding, fatigue strength, DLC, adhesion, surface texturing

1. はじめに

金型、工具などの加工用治具や産業機器のしゅう動部品には、ダイヤモンドライクカーボン(DLC)をはじめとした硬質薄膜が使用されている。硬質薄膜による耐摩耗性の向上は、部品寿命を延長させる。しかし、部品の損傷の主要因は摩耗と疲労破壊であるために、耐摩耗性の向上は摩耗から疲労破壊へと故障要因の変化をもたらす。また、硬質薄膜自体が疲労強度を低下するという問題もあり、耐摩耗性の向上のための取組みと同時に、疲労強度向上のための基材の改質など対策が必要である。

微粒子投射処理¹⁾(Fine Particle Bombarding: FPBと略す)は残留応力の付与による疲労強度の向上や表面形状の形成(テクスチャリング)によるしゅう動特性の向上などを目的とした表面改質の手法である。しかし、微粒子投射処理は主として鉄鋼材料に対して施されるため、金型やしゅう

動部品に用いられる場合、表面形状や改質層の維持のため硬質薄膜の形成による耐摩耗性の向上は、有用な手法である。

本稿では、微粒子投射処理、ならびに硬質皮膜形成と微粒子投射処理の複合処理の有用性について紹介する。

2. 微粒子投射処理とは

金属材料に各種の粒子(メディア)を投射すると、粒子の特性(硬度、靱性、形状、粒径など)や投射条件(速度、投射量など)に対応して研磨、加工硬化やテクスチャリングなど様々な現象が起きる。

微粒子投射処理はショット・ピーニングの一種で、投射粒子に数十 μm 以下の微小粒径の粒子を用い、数百 m/s 程度の高速度で投射することが特徴である。ショット・ピーニングは、主として基材の変形による残留応力の付与による疲労強度の向上を目的に施される。通常のショット・ピー

(株)不二 WPC 技術部 (〒252-0331 神奈川県相模原市南区大野台4丁目1-83)
Engineering Div., Fuji WPC Co., Ltd (1-83, Oonodai 4-chome, Minami-ku, Sagamihara-shi, Kanagawa 252-0331)

* Corresponding author : E-mail: kumagai@fujiwpc.co.jp

ニングでは弾性変形の寄与が大きく、ヘルツ応力の最大せん断力の深さに残留応力の最大値が発生する。一方、微粒子投射処理では、投射粒径が小さく、高速なことにより、被投射材表面に大きな塑性変形をもたらす。表面近傍に大きな残留応力が付与される。クロムモリブデン鋼 (SCM415) 材にハイス鋼粒子を投射した場合の、1 回衝突による変形の収束イオンビーム (FIB) による観察例を図 1 に示す。また、クロム鋼 (SCr420) のショット・ピーニングと微粒子投射処理による残留応力の深さ分布を図 2 に示す。微粒子投射処理による基材表面の塑性変形により残留応力が付与されていることが確認される。

鉄鋼材料など、比較的硬度の高い (加工硬化性

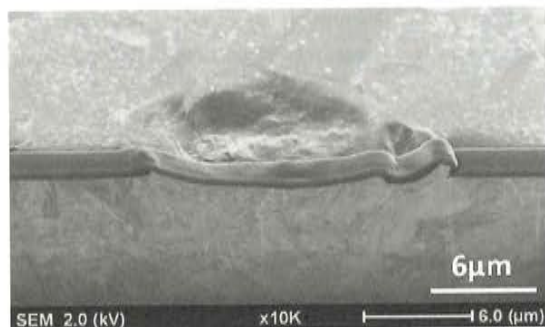


図 1 微粒子投射処理 (1shot) による SCM415 表面変形の様子を FIB 観察

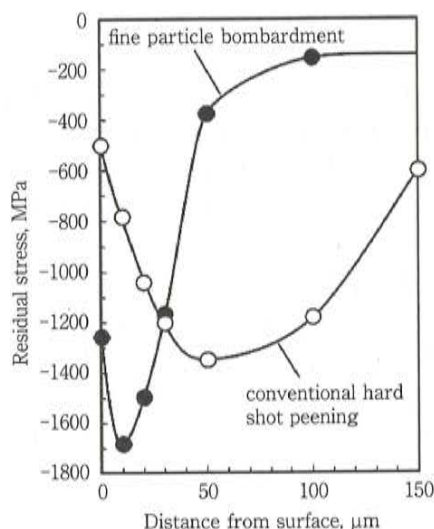


図 2 クロム鋼の微粒子投射処理ならびにショット・ピーニングの残留応力の深さ分布

の高い) 材料に微粒子投射処理を施すと、表面の塑性変形により、①被投射材表面の金属組織の変化 (ナノ結晶層^{2,3}) や微結晶層の形成、②基材表面層への大きな圧縮残留応力の付加、③テクスチャリングなどが実現される。金属組織の微細化や圧縮残留応力の付加は表層の硬化層の形成や疲労強度の向上を、表面形状の形成は油溜まり (空気溜まり) や摩擦振動の低減によるトライボ特性の向上をもたらす。

微粒子投射処理は、材料表面の改質による表面硬化、疲労強度の向上など機械的な特性向上とテクスチャリングというトライボ特性の向上が同時に実現できること、硬質薄膜の形成などとの複合化が容易であることなどの特長がある。また、プロセス的に真空系を使用しないため、処理面積が大きく取れる、歯車などの複雑形状や内径など処理品の自由度が大きい、マスキングなどにより必要な箇所のみでの処理が可能である、装置構成が簡単のため比較的低コストであるなどの利点も有している。

3. 微粒子投射処理と硬質薄膜との複合処理

3.1 疲労強度の向上

金型や機械部品の耐摩耗性向上として、硬質セラミックス系薄膜が用いられ、部材の寿命を延長させることができる。しかし、セラミックス薄膜の多くは柱状組織となっており、亀裂発生が起きやすく、疲労強度を低下させる。例として、窒化チタン (TiN) 被覆高速度鋼 (YXR7) の破壊の解析例 (断面観察) を図 3 に示す。TiN 膜に発生したマイクロクラックが基材にまで達しており、セラミックス薄膜被覆が疲労強度を低下させる要因となることが確認される。

セラミックス薄膜被覆による摩耗寿命の延長と

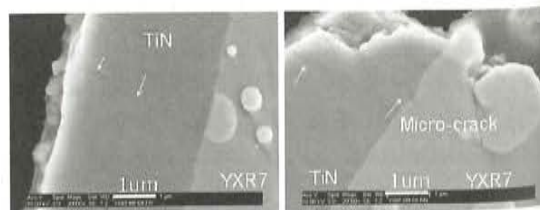


図 3 TiN 被覆高速度鋼 (YXR7) の破壊の解析例

疲労強度の低下は、機械部品や金型の故障要因が摩耗から疲労破壊に変化することを示している。摩耗は、急激な損傷に発展しにくく、寿命予測がつきやすいため比較的管理しやすいが、疲労破壊は突然（確率的）に発生するために、機械部品などでは事故要因に、金型などでは大量の不良品の生産要因になるなど対策が必要である。

セラミックス薄膜（TiN 膜）形成による疲労強度の低下ならびに微粒子投射処理による改善例ならびに成膜時の熱影響について示す。

基材として合金工具鋼（SKD61）を用い、(a)未処理試料、(b)未処理材に TiN 被覆試料、(c)微粒子投射処理試料、(d)微粒子投射処理材に TiN 被覆試料、(e)微粒子投射処理材に TiN 被覆後、化学的に TiN 膜を除去した試料、について疲労試験を実施した。結果を図 4 に示す。

TiN 膜の成膜時の熱履歴は、昇温 1 時間、成膜 2 時間（最大 500℃）である。表面の圧縮残留応力は、未処理試料で 500 MPa（試料作成時に付加されたと考えられる）、微粒子投射処理後は 1000 MPa、除膜試料では 800 MPa であり、上記の熱履歴により多少応力の低下がみられた。

上記の結果から、

- ① TiN 被覆により、疲労強度が低下する。
- ② 微粒子投射処理により疲労強度が向上する。

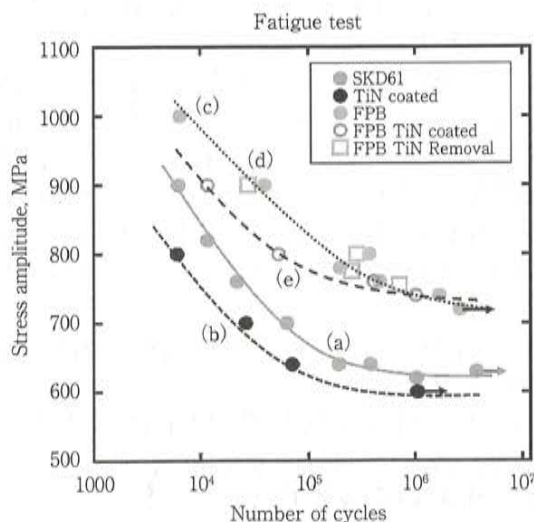


図 4 SKD61 の各種表面処理と疲労強度の関係
(a)未処理、(b)TiN 被覆、(c)FPB、
(d)FPB+TiN 被覆後除膜、(e)FPB+TiN 被覆

③微粒子投射処理試料と TiN 膜除去試料ではほぼ同一の疲労強度となっており、今回の TiN 膜生成の熱履歴では、残留応力の低下がみられたが微粒子投射処理による疲労強度には大きな影響を与えない。

④ TiN 被覆の下地処理に微粒子投射処理を施すことにより、低サイクル側での低下はあるものの、高サイクル側では TiN 被覆の影響を受けない。

⑤微粒子投射処理により、TiN 被覆を施しても、未処理試料と比較して疲労強度は向上していることが確認された。

以上のことから、硬質薄膜形成と微粒子投射処理とを複合化することにより、耐摩耗性と疲労強度の向上が実現され、耐摩耗性による摩耗から疲労破壊への故障要因の変化を低減可能となることが確認される。また、微粒子投射処理による表面の硬化層の形成が、結晶粒微細化硬化と残留応力の付与によるため、熱処理などによる効果と異なり、大きな脆化をもたらしえないことも利点である。

3.2 しゅう動特性の向上

微粒子投射処理によるテクスチャリングのしゅう動特性の向上について示す。基板としてクロムモリブデン鋼（SCM415）の研磨面（ $Ra:0.04\mu\text{m}$ ）、研削面（ $Ra:0.6\mu\text{m}$ ）ならびに 2 水準の微粒子投射処理を施した試料（ $Ra:0.4\mu\text{m}, 0.6\mu\text{m}$ ）を用いた。

試料には摩耗によるテクスチャの損傷を防ぐためプラズマ CVD による DLC 被覆⁴⁾を施した。膜特性は水素含有量 20%、膜硬度 22GPa、圧縮残留応力 1.6GPa である。各試料の表面観察結果を図 5 に、無潤滑での ball on disk 試験の結果を図 6 に示す。試験は SUJ2ball（ $\phi 6\text{mm}$ ）を用いて、5N の負荷荷重で実施した。

微粒子投射処理により表面形状を形成した試料が低摩擦かつ安定な摩擦係数の変化を示しており、しゅう動特性が良好なことが確認される。また、研磨試料では、スティック・スリップも観察される。

微粒子投射処理によるしゅう動特性の向上の理由として、①多点接触による単一接触面積の低減、②テクスチャリングによる空気溜まりの形成、③

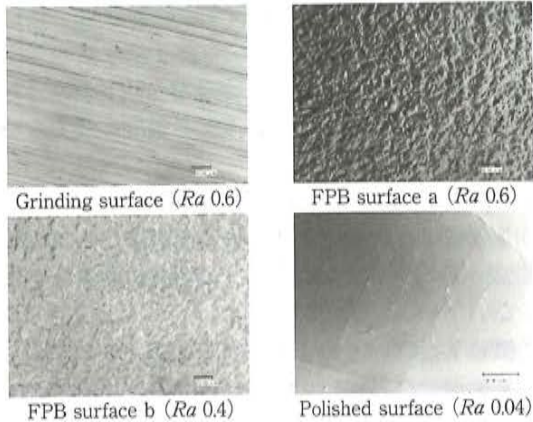


図5 ボールオンディスク試験に用いた、クロムモリブデン鋼 (SCM415) の表面観察ならびに表面粗さ

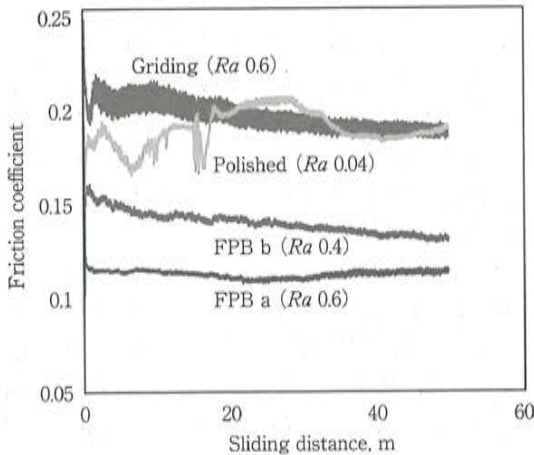


図6 SCM415の研磨面 ($Ra:0.04$), 研削面 ($Ra:0.6$), 微粒子投射処理 a ($Ra:0.6$), 微粒子投射処理 b ($Ra:0.4$) の摩擦試験結果

凝着物の成長の阻害などが考えられる。

①多点接触による、単一接触面積の低減

接触点の数は、1接触点当たりの面積に反比例する。研磨試料は、接触点が少なく、1接触点当たりの面積が大きい。微粒子投射処理試料は、接触点が多く、1接触点当たりの面積が小さいと考えられる。接触点の時間的推移の模式図を図7に示す。接触面積が広いと、接触時間の長くなる面積が増大する。接触時間の増大は、荷重による基材の変形により接触面積が増大する、摩耗の進行により酸化膜接触から金属接触へ移行しやすいなどの現象が起きると考えられる。それらはしゅう

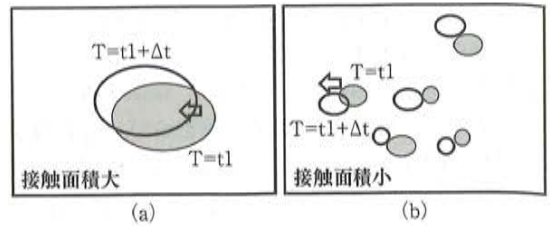


図7 接触点面積の違いによる、微小時間経過後の接触点の移動の模式図

動抵抗の増大やスティックの要因と考えられる。DLC被覆の場合でも、DLC・酸化膜接触とDLC・金属接触の違いは切削工具としゅう動部材でのDLCの損傷の違いで明瞭である。

②テクスチャリングによる空気溜まり

ディンプル形状は、荷重による変形で閉空間を形成しやすい、無潤滑では空気溜まりを形成し、体積の減少により加圧され接触圧を減少させる。潤滑状態では油溜まりを形成し、非圧縮性液体は接触界面に移行し、しゅう動性を向上させる。

③凝着物の成長の阻害

相手材の凝着はしゅう動抵抗増大の要因となる。凝着物は基材に付着するよりも、同種材料である凝着物に付着しやすい。研削痕や研磨面では接触面高さが連続しているため、凝着物の成長が容易である。微粒子投射処理面は、図5のように凸部が独立しているため、凝着物の成長が困難であり、しゅう動抵抗を低減する。

そのほか、接触面の真空状態の破壊や摩擦振動の様子など複雑に絡み合っていると考えられ、接触部のミクロ的な解析が必要である。また、微粒子投射処理の条件による違いは、材質や面圧に依存すると考えられるが必ずしも明瞭ではなく、実機適応では、擦合的に実施しているのが現状である。

複合技術の観点からは、微粒子投射処理で形成されるテクスチャによるしゅう動性の向上とDLC膜などの硬質薄膜の耐摩耗性による特性の長寿命化の複合効果の有効な例である。

3.3 DLCの密着性向上

硬質薄膜の中で、急速に適応範囲が拡大してきている材料にDLC膜がある。DLCは金属と結合形態が異なるため、凝着が起きにくく、高硬度・

平滑なため、加工用工具をはじめ、金型やしゅう動部品へ使用されている。DLC膜は優れた特性にかかわらず、基材への密着性確保に課題があり、対策が急がれている。ここでは、微粒子投射処理によるテクスチャリングがDLCの密着性に与える効果について紹介する。

DLC膜をはじめ硬質膜の密着性に関しては、膜・基材の付着力と負荷に依存した変形追随性の二つの要因がある。微粒子投射処理は基材表面に硬化層を形成し下地変形を抑制する。テクスチャリングの効果を発現しやすくするため、研磨処理、微粒子投射処理後にTiCN膜を形成し、その上にDLC被覆を施し、密着性を評価した。

DLC膜は、3.2節で使用したプラズマCVD法で作成した膜である。密着性評価は、連続荷重増加法^{5,6)}ならびにロックウェル圧痕試験で実施した。連続荷重増加法はball on disk試験で、負荷荷重を連続的に増加させはく離の臨界荷重を評価する手法で、スクラッチ試験やロックウェル圧痕試験と比べて、試料に繰返し負荷を与えながら密着性を評価可能なため、実際のしゅう動状態に近い状態での密着性が評価可能である。臨界荷重は摩擦係数の変化とアコースティック・エミッション(AE)信号により決定した。

研磨試料の密着性評価結果と試験終了後のしゅう動痕の観察を図8に、微粒子投射処理試料の密着性評価結果と試験終了後のしゅう動痕の観察を図9に示す。研磨試料では、臨界荷重は鏡面では10Nであり、試験後の観察結果でも10N負荷後で、大きなはく離が観察されている。一方、微粒子投射処理試料では最大荷重15NまでAE信号と摩擦係数の増加は検出されなかった。しゅう動痕の観察では、微細な損傷が見られるものの大きなはく離は観察されていない。以上の結果から、微粒子投射処理のテクスチャリングによりDLC膜の密着性が大幅に向上しているのが確認できる。ロックウェル圧痕試験でも同様の結果が得られている。

テクスチャリングによる密着性向上の要因として、表面形状によるはく離の伝播を抑える機構が考えられる。凹凸形状が形成された場合、図10のように負荷による不均一応力により、微細亀裂

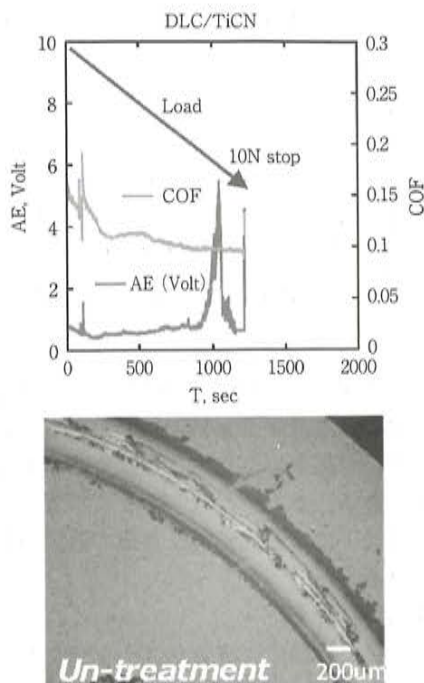


図8 連続荷重増加法で評価した、研磨処理を施したDLCの密着性と試験後の観察

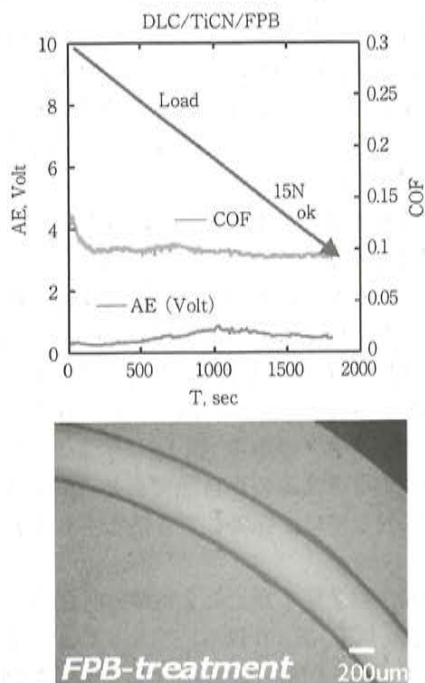


図9 連続荷重増加法で評価した、微粒子投射処理を施したDLCの密着性と試験後の観察

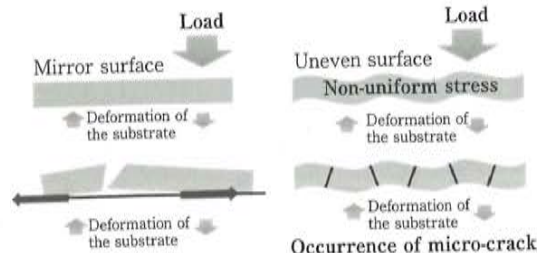


図 10 表面形状の違いによる、膜亀裂、はく離の模式図

が発生しやすく下地変形に追従しやすくなる。一方、研磨のような平滑試料では下地変形によるはく離の停止が起きにくく大きなはく離が発生すると考えられる。また、図 6, 8, 9 に示される、摩擦係数の低下による実効的な負荷の低減の効果も考えられる。

3.4 形状の評価

微粒子投射処理によるテクスチャリングでは、表面形状の評価が重要である。JIS の R_a , R_z 等のパラメータがよく使用されるが、それらは、高さ方向の評価であり、微粒子投射処理面のようなディンプル形状の場合、凹凸の周期性の評価も必要であり、評価指標としては適しているとは言い難い。微粒子投射処理面として粗さ曲線のフーリエ変換を試みた。測定は、微粒子投射処理によるテクスチャリングは等方的と考えられるため、一次元で実施した。

粗さ曲線をそのまま、フーリエ変換を行うと、低周波成分の寄与が大きく、肝心な数～数十 μm 領域の差がわかりにくいこと、低周波成分の誤差が大きくなるなどの結果となる。その理由として、フーリエ変換では振幅の基準を周波数に依存せず一定としていることによる。微粒子投射処理によるテクスチャリングの場合、図 11 に示すように、凹凸を相似形と考えるのが自然であり、 n 次の周波数成分に対しては、振幅も $1/n$ 倍とする必要がある。

研磨面、粒子径を変えた 2 種類の微粒子投射処理 ($54 \mu\text{m}$ 以下、 $8 \mu\text{m}$ 以下) によって得られた面に対して、粗さ曲線の規格化したフーリエ変換を実施した。結果を図 12 に示す。 $54 \mu\text{m}$ 以下の微粒子投射処理面では、 $30 \mu\text{m}$ 程度を中心としたデ

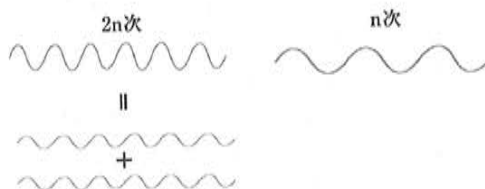


図 11 フーリエ変換の規格化の模式図

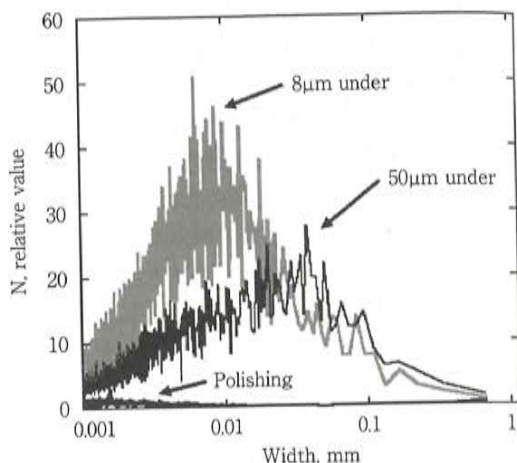


図 12 研磨面ならびに $50 \mu\text{m}$ 以下粒子、 $8 \mu\text{m}$ 以下粒子を用いた微粒子投射処理による粗さの規格化したフーリエ解析結果

ィンプル分布が、 $8 \mu\text{m}$ 以下の微粒子投射処理面では $10 \mu\text{m}$ 弱を中心としたディンプル分布が得られている。本結果は、レーザ顕微鏡などによる観察結果とほぼ一致しており、微粒子投射処理による形状の評価とし有意な結果となっており、形状評価の数値的な評価基準が確立できたと考えられる。

4. おわりに

微粒子投射処理は、硬質薄膜形成と複合化することにより、相互の問題点を補完し、有効性を発揮することが可能となった。複合化の手法は熱処理、メッキなど様々なものがあり、万能な手法は存在しない。その中で、微粒子投射処理は比較的複合化の容易な手法であると考えられる。また、複合化に当たっては、使用する環境や負荷に合わせた材料設計的な観点が重要である。

文 献

- 1) 熊谷：DLCなどの硬質薄膜形成に対するWPC処理の効果, 表面技術, **67**, 1 (2016) 12.
- 2) 高木・熊谷・伊藤・小沼・下平：微粒子ピーニングによるSCr420浸炭焼入れ鋼表面のナノ結晶化, 鉄と鋼, **92**, 5 (2006) 318.
- 3) 高木・熊谷：FPB処理による表面ナノ結晶化, 精密工学会誌 **72**, 9 (2006) 1079.
- 4) 熊谷・高木・矢ヶ部・神保・長谷川：DLC被覆による転動疲労寿命の延長, 表面技術, **57**, 6 (2006) 428.
- 5) T. HORIUCHI, K. YOSHIDA, M. KANO, M. KUMAGAI & T. SUZUKI: Evaluation of Adhesion and Wear Resistance of DLC Films Deposited by Various Methods, Plasma Process. Polym., **6**, 6-7 (2009) 410.

- 6) T. HORIUCHI, K. YOSHIDA, M. KANO, M. KUMAGAI & T. SUZUKI: Evaluation of DLC Coating Damage in the Delamination and Wear Test, Tribology Online, **5**, 3 (2010) 129.

■■■■■■■■■■ 著者プロフィール ■■■■■■■■■■

熊谷 正夫 1950年生まれ, 東京工業大学工学部高分子工学科卒, 大阪大学にて博士(工学)取得, 1973年神奈川県工業試験所(現(独)神奈川県立産業技術総合研究所)入所, 表面分析, 表面改質の研究開発, 企業支援に従事, 2010年(株)不二WPC, 現在:取締役技術部長.

