

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和元年6月12日現在

機関番号：23201

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2016～2018

課題番号：16K06047

研究課題名(和文) 先端硬質薄膜材料に対する耐摩耗・耐衝撃性複合加速評価試験法の開発

研究課題名(英文) Development of evaluation method of the wear and impact resistance for thin hard coated material

研究代表者

宮島 敏郎 (Miyajima, Toshiro)

富山県立大学・工学部・准教授

研究者番号：60397239

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,700,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、投射粒子と純水を混合したスラリーを圧縮空気で高速に硬質薄膜材料に投射して、繰り返し衝撃負荷と微小摩耗を複合的に与え、金型用の先端硬質薄膜材料を評価する手法の研究を行った。対象とする硬質薄膜の硬さやヤング率、厚さ、構造や、評価する内容(表面の弱い部分、界面等の弱い部分)に合わせ、投射材質を選定すること、投射圧力を選定すること、粒子径を選定することを明らかにし、硬質薄膜の耐摩耗・耐衝撃性を複合的に加速評価する試験方法を完成させた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

硬質薄膜は、多層化や厚膜化などが進んでおり、複雑な構造を有するものが多くなっている。このような硬質薄膜は、従来の評価方法であるスクラッチ試験やナノインデンテーション試験などでは、実際の寿命との相関性がとれない場合が増えている。本研究で学術的に明らかにした、投射粒子材質の影響、投射粒子径の影響、投射圧力の影響の成果より、多くのしゅう動部材や金型等で用いられる硬質薄膜の耐摩耗・耐衝撃性を複合的に加速評価する手法として役立つと考えられる。また、様々な材料の新しい評価手法へと発展できると考えられる。

研究成果の概要(英文)：In this study, it was projected the slurry which mixed projection particles and pure water on hard coatings by compressed air. In this way, it was given repeatedly impact load and micro wear compositely on the hard coating for the die.

By hardness, young's modulus, thickness, structure of hard coating and contents of evaluation (weak parts of the surface and interface), it was considered on the test condition ((1) choosing projection materials, (2) choosing projection pressure, (3) choosing particle diameter.) It was found these influence, and developed a test method to evaluate compositely of wear resistance and impact resistance for the thin hard coatings.

研究分野：トライボロジー(摩擦・摩耗・潤滑)

キーワード：エロージョン 硬質薄膜 コーティング 金型 評価 摩耗 品質 粒子衝突

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19、CK - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

近年、自動車製造などのプレス加工において、加工時間の短縮および使用材料の高強度化に伴い高速・高荷重プレスがなされ、プレス加工用金型には高速で高負荷な衝撃荷重が加わる状況になっている。そこで、このような過酷な状況でも長寿命になる金型にするため、先端硬質薄膜と基材の両方の特性を生かした複合的な材料開発を行い、高強度化する試みがされている。

一方、このような開発材料を評価する手法は、ナノインデンテーション試験、スクラッチ試験、摩擦・摩耗試験、アプレシブ試験などではなく、プレス加工のように、瞬間的に大きな繰り返し荷重（動的荷重）が負荷される場合を模擬できる試験方法や、実際の金型使用状況のように少しずつ摩耗させながら繰り返し荷重を負荷させる試験方法はない。そのため、硬質薄膜と基材の複合化された材料を評価するためには、様々な評価方法を組み合わせて寿命を予測するか、実機を用いた高コスト・長時間の試作試験を実施しなければならない問題がある。

我々は、約10年以上前から、福井大学・岩井教授らと一緒に、エロージョン摩耗を応用した硬質薄膜の表面強度評価の研究（MSE法）に取り組んできた。その中で、平均粒径1.2 μm多角形粒子を投射粒子として用いることで、表面から内部方向の硬質薄膜の強度分布を評価する手法を研究してきた。また、その手法を用いて、表面にマイクロオーダーの凹凸形状を創製する技術も構築した。

これらの研究を通して、1.2 μm多角形粒子を用いた微視的な摩耗促進だけでなく、球形粒子を用いて衝撃力による影響を大きくすることで、繰り返し衝撃荷重と微小摩耗を複合的に与え、金型用の先端硬質薄膜材料を評価できないかと考え、本着想に至った。（図1参照）

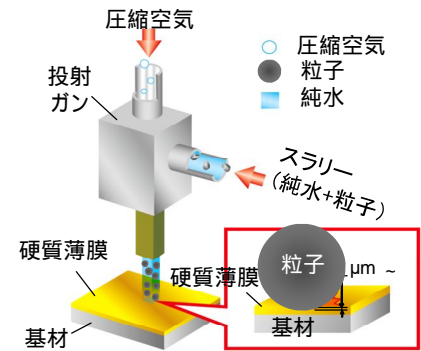


図1 MSE・微粒子エロージョン試験の概略図

2. 研究の目的

マイクロ・スラージェット・エロージョン（MSE）法を応用展開し、プレス金型用先端硬質薄膜材料に対して、耐摩耗・耐衝撃性を複合評価する新しい加速評価試験方法を開発する。

本研究では、過去の研究における成果と問題点から、下記の3つの点を研究した。

- (1) 投射粒子材質による耐摩耗・耐衝撃性への影響解明
（評価材料と粒子の衝撃エネルギー寄与度）
- (2) 投射圧力による耐摩耗・耐衝撃性への影響解明
（投射粒子速度による深さ影響）
- (3) 投射粒子径による耐摩耗・耐衝撃性への影響解明
（接触面積による面内欠陥・組織影響）

以上を総括し、先端硬質薄膜材料に対する新しい耐摩耗・耐衝撃複合加速評価試験法を提案した。

3. 研究の方法

(1) 投射粒子にジルコン粒子とアルミナ粒子を用いて試験を行い、試験片と投射粒子の衝突エネルギー寄与度による、耐摩耗・耐衝撃性の違いとメカニズムを解明した。

試験機には、大粒子を投射できるようにMSE試験機を応用したSBE試験機を用いた。本試験機は、固体粒子と純水を混合したスラリーを圧縮空気により投射ノズル内に送り、ノズル内で圧縮空気により加速させて試験片に衝突させる装置である。

(2) 投射圧力を変化させて試験を行い、深さ方向の硬質薄膜・基材への衝撃力影響度による、摩耗・剥離進行の違いとメカニズムの違いを明らかにした。また、投射粒子径を変化させて試験を行い、衝突時の接触面積の変化による、摩耗・剥離進行の違いとメカニズムの違いを明らかにした。また、粒子の挙動を高速ビデオカメラ等で撮影し、見える化を実施した。

(3) 以上を総括して、本評価方法の必要な試験条件（粒子材質、投射圧力、粒子径）を整理し、先端硬質薄膜材料に対する新しい耐摩耗・耐衝撃複合加速評価試験法を完成させた。

4. 研究成果

(1) 投射粒子にジルコン粒子とアルミナ粒子を用いて試験を行い、試験片と投射粒子の衝突エネルギー寄与度による、耐摩耗・耐衝撃性の違いとメカニズムの解明

今回評価対象とした先端硬質薄膜においては、耐摩耗性・耐衝撃性が非常に高い性能を有

するため、投射粒子の種類によってエロージョン摩耗の進行が大きく異なった。試験開始前の面と粒子投射後の面を比較すると、ジルコン粒子を投射粒子に用いた場合は、試験開始前の面に存在するドロップレットやノジュールの一部から、はく離が生じていることがわかった。また、硬質なアルミナ粒子を用いた場合も、ジルコン粒子を用いた場合と同様に、試験開始前の面に存在するドロップレットやノジュールの一部から、はく離が生じるが、その進行度合いは、アルミナ粒子を用いた方が早く、少ない投射量ではく離面積が大きくなることがわかった。以上の結果から、本研究で対象とする硬質薄膜においては、アルミナ粒子を投射粒子に用いることが適すること、硬質薄膜表面および表面近傍に存在するドロップレットやノジュール等の欠陥分布の評価に繋がること示唆された。

- (2) 投射圧力を変化させて試験を行い、深さ方向の硬質薄膜・基材への衝撃力影響度による、摩耗・剥離進行の違いとメカニズムの違いの解明、および、投射粒子径を変化させて試験を行い、衝突時の接触面積の変化による、摩耗・剥離進行の違いとメカニズムの違いの解明

投射粒子径を変えることで、硬質薄膜の様々な特性を評価できる可能性を見出すことができた。これまで、MSE 法においては、深さ方向のエロージョンの進行の状況から評価を行っていたが、今回使用した球形アルミナ粒子では、それ以外の面の状況から評価する手法を考案し、評価できることを明らかにした。また、試験後のエロージョン面を詳細にレーザー顕微鏡観察や SEM 観察および EDS 分析を行うことで、エロージョンの進行メカニズムを明らかにすることができた。

また、平行して実施した高速度ビデオカメラでの粒子の挙動撮影において、およそその投射粒子速度が把握できた。一方で、これらの計測には、様々な工夫や高速度ビデオカメラの専門業者の協力を得て進めたが、微細な粒子（平均径 1.2 および 10 μm ）においては、どの速度域においても、撮影が難しいこと、大きな粒子径であっても、速度が速くなると粒子の判別が難しくなることが明らかになった。

これらの結果を踏まえ、2 種類の硬質薄膜に対して、投射粒子に球形アルミナ粒子を用いて試験を実施した。特に、投射圧力（投射流量）の影響、投射粒子径の影響について、エロージョン痕の観察を詳細に進め、メカニズムについて考察した。その結果、投射粒子径を変えること、投射時の加速エア流量を変えることで、硬質薄膜の様々な特性を評価できる可能性を見出すことができた。具体的には、3 層有するものを 2 種類用い、両者は、1 層目（表層）と 3 層目を共通とし、2 層目を純金属系の膜（以下、純金属中間層試験片）と、積層型の膜（以下、積層中間試験片）の 2 種類として評価した。特に投射粒子に直径約 50 μm の球形アルミナ粒子を用いた評価を進めた。評価手法の定量化として、投射量ごとに、損傷面積から評価する手法を考案し、評価できることを明らかにした。また、投射量ごとに詳細に観察し、その損傷の変化を追っていくことで、硬質薄膜の欠陥とみられる箇所を評価できること、膜と膜や膜と基材との界面の強さを評価できることを明らかにした。

エア流量が低い条件（40 L/min）では、投射粒子量の増加に伴い硬質薄膜の欠陥等の弱い箇所で窪みが生じて徐々に大きくなる現象となることを明らかにした。その窪みの大きさは純金属中間層試験片より積層中間層試験片の方が大きいことがわかった。一方、エア流量が高い条件（60 L/min）では、衝撃負荷が深くまで加わる状態になり、中間層界面で剥離が生じる現象になった。また、結合し大きくなった窪みの大きさは、積層中間層試験片より純金属中間層試験片の方が大きいこともわかった。

- (3) 本評価方法の必要な試験条件（粒子材質、投射圧力、粒子径）の整理と、先端硬質薄膜材料に対する新しい耐摩耗・耐衝撃性複合加速評価試験法の完成

対象とする硬質薄膜の硬さやヤング率、厚さ、構造に合わせ、投射材質を選定すること、投射圧力を大きくすることで、エア流量が大きくなり、投射粒子の衝突速度が速くなり、粒子が衝突した際の深さ方向への衝撃負荷が大きくなること、粒子径によって、損傷の規模が大きく異なることを利用し、表層の弱い部分（ノジュールやドロップレット）や、界面等の深さ方向の弱い部分の剥離性の違いを定量的に評価できる試験方法を完成させた。

5. 主な発表論文等

〔学会発表〕(計 16 件)

宮崎裕之、**宮島敏郎**、鈴木真由美、堀川教世、里見大地、河村新吾、金型用硬質薄膜の微粒子エロージョンによる表面強度評価、日本機械学会北陸信越支部 第 56 期総会・講演会、2019

富田直道、**宮島敏郎**、堀川教世、根岸茂利、プレス金型用硬質薄膜の微粒子エロージョン試験に及ぼす投射条件の影響、日本機械学会北陸信越支部 第 56 期総会・講演会、2019

福島滉也、**宮島敏郎**、堀川教世、微粒子エロージョン試験の投射条件によるエロージョン率と投射粒子速度との関係性、トライボロジー会議 2018 秋 伊勢、2018

宮崎裕之、**宮島敏郎**、堀川教世、里見大地、河村新吾、金型用硬質薄膜の微粒子エロージ

ヨンによる耐繰り返し衝撃・耐剥離性の評価、トライボロジー会議 2018 秋 伊勢、2018
山下達希、**宮島敏郎**、宮崎裕之、堀川教世、里見大地、河村新吾、CrN 系硬質薄膜の微粒子エロージョンによる耐繰り返し衝撃・耐剥離性の評価、トライボロジー会議 2018 秋 伊勢、2018

富田直道、**宮島敏郎**、堀川教世、根岸茂利、松原亨、勝俣力、TiAlCrSiN 系硬質薄膜被覆鋼材の微粒子エロージョンによる表面強度評価法の開発、トライボロジー会議 2018 秋 伊勢、2018

福島滉也、**宮島敏郎**、堀川教世、微粒子エロージョン試験による投射条件とエロージョン摩耗との関係、第 9 回トライボロジー秋の学校 in 愛知、2018

山下達希、**宮島敏郎**、宮崎裕之、堀川教世、粒子径の異なる球形粒子を用いた微粒子エロージョンによる CrN 系硬質薄膜の特性評価、第 9 回トライボロジー秋の学校 in 愛知、2018

山下達希、**宮島敏郎**、宮崎裕之、堀川教世、CrN 系硬質薄膜の微粒子エロージョン法による表面強度評価、日本機械学会 2018 年度年次大会、2018

富田直道、**宮島敏郎**、堀川教世、菓子貴晴、松原亨、勝俣力、プレス金型用硬質薄膜に対するウェットプラスト技術による表面強度評価法の開発、砥粒加工学会 ABTEC 2018、2018

福島滉也、**宮島敏郎**、堀川教世、高速度ビデオカメラを用いた微粒子エロージョン法の投射状態の可視化、日本設計工学会北陸支部 平成 30 年度 研究発表講演会、2018

清水悠平、**宮島敏郎**、堀川教世、菓子貴晴、松原亨、勝俣力、高荷重すべり摩耗試験および微粒子エロージョン試験による TiAlCrSiN/CrN 被覆鋼材の表面強度評価、2017 年度精密工学会北陸信越支部学術講演会、2017

富田直道、**宮島敏郎**、堀川教世、菓子貴晴、松原亨、勝俣力、微粒子エロージョンによる硬質薄膜の耐衝撃・剥離性評価方法 ー第 2 報 投射粒子径の影響ー、トライボロジー会議 2017 秋 高松、2017

宮崎裕之、**宮島敏郎**、堀川教世、嶋村公二、成膜法の異なる CrN 硬質薄膜の微粒子エロージョンによる表面強度評価、トライボロジー会議 2017 秋 高松、2017

清水悠平、**宮島敏郎**、堀川教世、菓子貴晴、松原亨、勝俣力、MSE 試験と微粒子エロージョン試験による 2 種類の TiAlCrSiN/CrN 被覆鋼材の表面強度評価、トライボロジー会議 2017 秋 高松、2017

宮島敏郎、富田直道、堀川教世、菓子貴晴、松原亨、勝俣力、微粒子エロージョンによる硬質薄膜の耐衝撃・剥離性評価方法、トライボロジー会議 2017 春 東京、2017

〔その他〕

ホームページ等

<https://mt-mse-pu-toyama.jimdo.com/>

6 . 研究組織

(1)研究分担者

なし

(2)研究協力者

なし