

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 24年 6月 8日現在

機関番号：24201

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：平成 21 年度 ~ 平成 23 年度

課題番号：21560098

研究課題名 球圧子押し込み疲労試験によるセラミック被覆材における薄膜の強度特性評価法の開発

研究課題名 Development of cyclic sphere indentation test to evaluate the strength of ceramic thin film deposited on the substrate

研究代表者

高松 徹 (TAKAMATSU TOHRU)

滋賀県立大学・工学部・教授

研究者番号：00106890

研究成果の概要（和文）：荷重，球圧子径を変えた条件で，3種類のセラミックス薄膜をコーティングした超合金基材を用いて，押し込み荷重，球圧子径を様々に変えた条件で繰返し球圧子押し込み試験を行って，荷重繰返し過程での薄膜におけるき裂発生，摩耗，はく離の様相を調べた．その結果，以下のことが明らかとなり，試験法の有効性が示唆された．

(1)静的球圧子押し込み試験より求まるリングクラック発生荷重より小さな荷重でも，繰返し荷重下ではある荷重繰返し数で薄膜にリングクラックが発生する．(2)リングクラックが発生した後，荷重繰返し数の増加に伴って接触領域の薄膜では摩耗が進行し，さらにはく離を生じる．(3)接触領域の断面形状の測定により，摩耗の定量的評価の可能性がある．(4)最大荷重 P_{max} とき裂発生荷重繰返し数 N_i 関係は球圧子径に依存する．(5)薄膜の半径方向の応力 $\sigma_{r,i}$ と N_i 関係は球圧子径が小さい．

研究成果の概要（英文）：Cyclic sphere indentation tests were carried out by using spherical indenters of varying diameter $2R$ to investigate the aspects of crack initiation, wear progress, and delamination in ceramic thin film and to obtain the influence of the applied maximum load P_{max} on the cyclic number of crack initiation N_i in thin films. The main conclusions are the following. (1) Ring crack initiate at the lower load than that of a ring crack initiation load obtained by static sphere indentation test. (2) After ring crack initiate, wear of film progresses inside the contact area, and delamination in thin film occur. (3) Quantitative evaluation of wear is possible by measuring the cross-sectional shape of contact area. (4)The $P_{max} - N_i$ relationships specifically depend on the diameter of spherical indenter $2R$. (5) The effect of $2R$ on the relationship between tensile stress of film $\sigma_{r,i}$ and N_i is smaller than that of the $P_{max} - N_i$ relationship.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	3,000,000	900,000	3,900,000
2010年度	500,000	150,000	650,000
2011年度	400,000	120,000	520,000
総計	3,900,000	1,170,000	5,070,000

研究分野：基盤研究©

科研費の分科・細目：機械材料・材料力学

キーワード：材料設計・プロセス・物性・評価

1. 研究開始当初の背景

近年、切削工具、機械構成要素等をより過酷な条件で使用するために、硬質のセラミックス薄膜をコーティングすることにより耐摩耗性や表面強度を向上させ、長寿命化をはかる表面処理技術が広く普及している。成膜条件は、被覆材における薄膜の硬さ、摩耗特性、密着強度などの膜特性評価に基づいて決定されている。ただし、成膜技術が発達したことにより、従来の評価法では正確に評価できない場合がみられる。また、長時間使用した場合の、耐久性に関する膜特性の評価も行われていない。

2. 研究の目的

本研究は、セラミック被覆材における薄膜の耐久特性評価に対する繰返し球圧子押し込み試験の可能性を明らかにすることを目的とした。図1に試験概要を示す。一定振幅の圧縮荷重条件で球圧子を被覆材の薄膜に押し付けると、薄膜にリングクラックの発生、摩耗の進行、薄膜のはく離発生が予想される。すなわち、単一の試験で、荷重値、荷重繰返し数などの試験条件を変えることにより、長時間の応力が作用した場合の薄膜における複数の耐久特性が評価できる可能性がある。球圧子押し込み試験における試験領域は小さいので、1つの試験片を用いて、試験条件を広範囲に変えた試験ができるので効率よく評価できる。特性のばらつきを検討するための多くのデータを容易に得ることができる。さらに、薄膜、はく離発生特性も評価できる可能性がある。本研究では、成膜法、膜質が異なるセラミック被覆材を用いて、様々な一定振幅荷重で球圧子を押し付け、繰返し押し込み過程

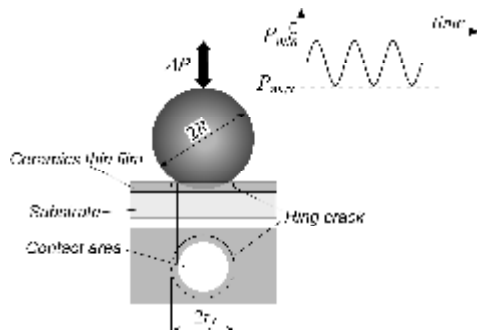


図1

中の薄膜におけるき裂発生、摩耗の進行、はく離発生の様相を観察し、研究者らのこれま

での球圧子押し込み試験に関する研究に基づいて、薄膜の耐久特性評価の可能性を検討した。

3. 研究の方法

基材は、図2に示すような超硬合金 WC-Co (40×20×5mm) を用いた。WC-Co 基材表面 (40×20mm) を研削加工後、研磨仕上げを行った。研磨仕上げした面に、成膜メーカに依頼して3種類の膜を成膜した。アーク式イオンプレーティング法 (以後アーク法) で成膜した単層の TiN 膜、TiCN 膜 (TiN 膜、TiN_arc) と TiN 膜の多層膜 (表面は TiCN 膜、TiCN_arc)、中間に一層の TiCN 膜を配置した電子銃式イオンプレーティング法 (以後電子銃式による TiN 膜 (TiCN_elec))、である。いずれも実用されているもので、膜厚は約 2.5μm とした。

表1に、各膜質のピッカース硬さ HV 、ヤング率 E 、ポアソン比 ν 、密着強度 L_c を示す。押し込み試験の球圧子は、軸受用窒化硅素球 Si_3N_4 を用いた。球径 $2R$ は、5.95mm、7.93mm、12.6mm の3種類とした。膜のヤング率、硬さの測定は、超微小硬さ試験機、密着強度はスクラッチ試験を用いた。膜硬さは、アーク式 TiCN 膜が大きく、アーク式 TiN 膜と電子銃式 TiCN 膜はほぼ同じである。膜のヤング率は、膜質により若干異なる。

セラミック被覆材試験片を用いて、繰返し押し込み試験を行った。繰返し押し込み試験には、油圧サーボ式疲労試験機と電磁加振式疲労試験機 (旭製作所製) を用いた。最大荷重 $P_{max}=1.8kN$ 以上の場合、油圧サーボ式を用い、荷重比 0.1、周波数 40Hz の荷重制御条件で行った。 $P_{max}=1kN$ 以下の場合、電磁加振式を用い、荷重比 0.1、周波数 200Hz の荷重制御条件で行った。疲労試験における最大荷重 P_{max} は、TiN 被覆 WC-Co 基材の静的試験から得られた薄膜のリングクラック発生荷重を目安に設定した。試験中、一定回数ごとに試験を中断して、試験片固定台ごと試験機からはずして、試験領域を観察した。疲労試験における打ち切り回数は $10^6 \sim 10^7$ 回とした。押し込み領域の観察には、デジタルマイクロスコープ、及び走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いた。断面形状の測定はコンフォーカル顕微鏡を用いた。

表 1 基材, 薄膜, 球圧子の特性

	Material	HV	E, GPa	ν	L_c, N
Substrate	WC-Co	1540	580	0.22	
Film	TiN_arc	1810	542	0.19	160
	TiCN_arc	2530	496	0.19	118
	TiCN_elec	1720	492	0.19	152
Indenter	Si ₃ N ₄		304	0.28	

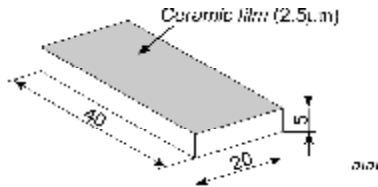


図 2 基材形状・寸法

4. 研究成果

繰返し押し込み試験より, 膜質によらず, 最大荷重 P_{max} が静的押し込み試験におけるリングクラック発生荷重 P_i より小さな値でも薄膜にリングクラックが発生することがわかった。

図 3(a), (b), (c)は, アーク式 TiN 膜, $2R=7.9\text{mm}$, $P_{max}=4.9\text{kN}$ の場合の荷重繰返し数 N の増加に伴う接触領域の様相である。 $N=2.5 \times 10^3$ では, 3/4 円程度のリングクラックが発生している。 $N=10^5$ ではリングクラックは完全な円状になり, 接触領域内に若干変色した領域が確認できる。 $N=10^6$ ではリングクラックは完全な円状になり, 接触領域内に若干変

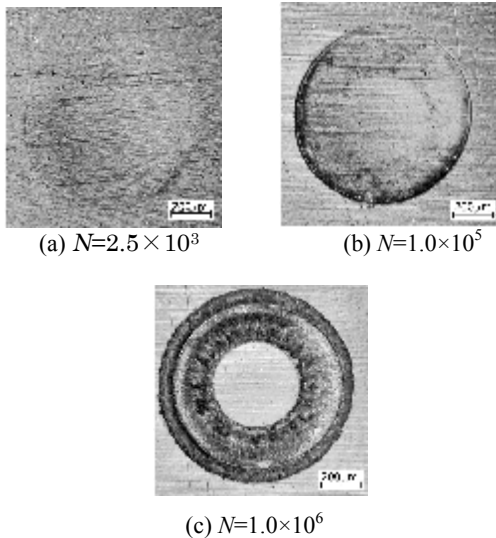
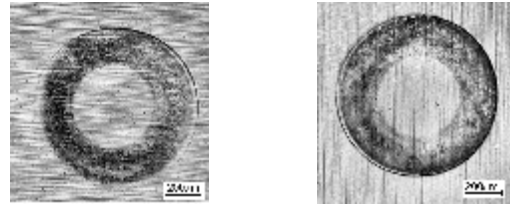


図 3 接触領域の様相(繰返し数の影響)

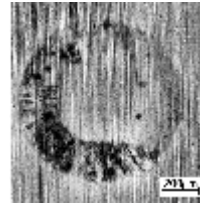
色した領域が確認できる。 $N=10^6$ では, 摩擦による変色領域は明確になり, ドーナツ状になっている。

図 4(a), (b), (c)は, 各膜における表面摩擦の様相を比較したもので, (a)はアーク式 TiN

膜, (b)は電子銃式 TiCN 膜, (c)はアーク式 TiCN 膜である。球圧子径はいずれも $2R=7.93\text{mm}$, 繰返し数は $N=10^5$ とした。いずれも, リングクラック発生後試験を継続したもので, 摩擦があまり進行していない状態の比較である。最大荷重は, 薄膜の応力がほぼ等しくなるように, (a)は $P_{max}=4.9\text{kN}$, (b)は $P_{max}=4.9\text{kN}$, (c)は $P_{max}=8.6\text{kN}$ と変えた。図より, アーク式の TiN 膜と電子銃式の TiCN 膜は明確な差は認められないが, アーク式の TiCN 膜は摩擦の程度が少ないことがわかる。



(a) TiN film (TiN_arc) (b) TiCN film (TiCN_elec)



(c) TiCN film (TiCN_arc)

図 4 接触領域の様相(膜質の比較)

図 5 は, 図 3(b), (c) 示したアーク式 TiN 膜の接触領域断面形状をコンフォーカル顕微鏡観察により測定したものである。 $N=1.0 \times 10^5$ の断面より, 図 3(b)では, 摩擦の様相が若干認められたが, 断面形状では明確ではなく, $3\mu\text{m}$ 程度の凹みが認められた。表面観察にお

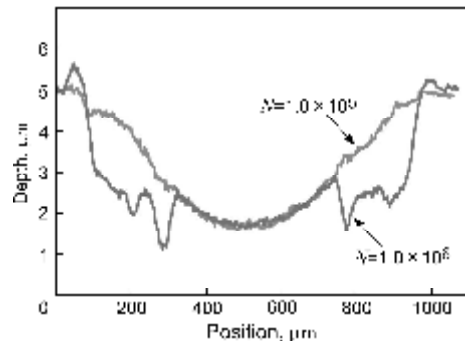


図 5 接触領域の断面形状

いて変色している部分は膜厚が減少している部分とほぼ対応しているので, 変色領域は摩擦領域と考えられる。さらに, 膜厚の減少が特に大きい部分は, はく離領域とほぼ対応している。

以上より、接触領域の表面観察、断面形状の測定によって、摩耗特性の定性的、定量的評価の可能性が確認できた。具体的には、本研究より薄膜のリングクラック発生後、薄膜の摩耗が進行することがわかったので、後述の薄膜におけるリングクラック発生寿命特性に基づいて、ある程度摩耗が進行するまで繰返して、表面の様相を観察することにより、定性的評価が可能である。さらに、荷重繰返し数をさらに増加して、膜摩耗の程度を大きくした場合の接触領域の断面形状測定に基づく定量的評価の可能性がある。

図6に、最大荷重 P_{max} とき裂発生寿命 N_i (対数目盛) の関係を示す。図6(a)は球圧子径 $2R$ を変えたアーク式 TiN 薄膜の結果、図6(b)は $2R=7.93\text{mm}$ とした各膜質の結果である。図6(a)より、いずれの $2R$ も N_i は P_{max} の減少に伴って増加する傾向を示し、 $P_{max}-N_i$ 関係は $2R$ に依存することがわかる。その傾向は、他の膜質も同様である。図6(b)より、アーク式の TiCN 膜が最も大きく、アーク式の TiN 膜と電子銃式

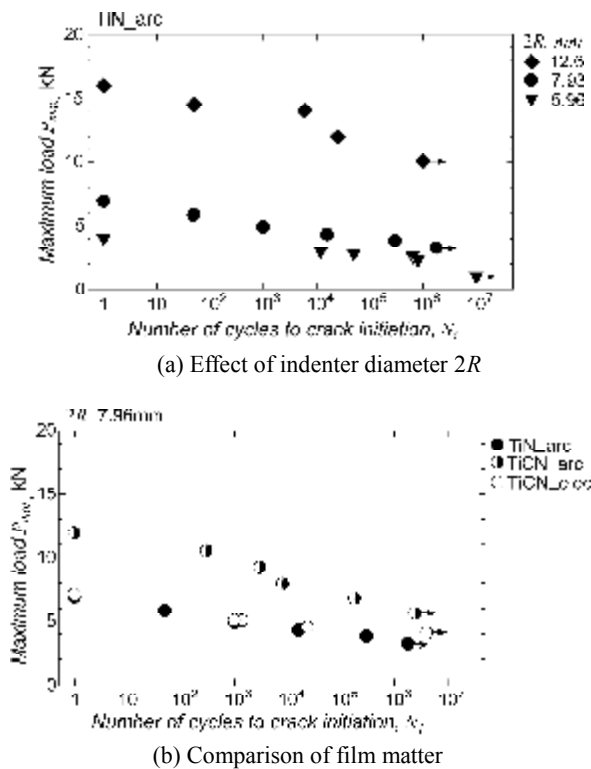


図6 $P_{max}-N_i$ 関係

TiCN 膜はほぼ同じであることがわかる。

図7(a), (b)は、図5に示したセラミック被覆試験片の $P_{max}-N_i$ 関係から得られた薄膜表面の半径方向の接触応力 $\sigma_{r,i}$ と N_i の関係である。 $\sigma_{r,i}$ は、これまでの静的球圧子押し込み試験に関

する研究と同様に、 P_{max} とリングクラック径 r_f を使って、式(1)から求めた。

$$\sigma_{r,i} = \frac{E_f(1+\nu_s)}{E_s(1+\nu_f)} \cdot \frac{1-2\nu_s}{2} \cdot \frac{P_{max}}{\pi r_f^2} \quad \dots(1)$$

ここで、 $\sigma_{r,i}$ は Hertz の弾性接触理論から導いた、薄膜に生じる半径方向の引張応力の近似式である。 E はヤング率、 ν はポアソン比、であり、添え字の f, s はそれぞれ薄膜、基材を示す。

図7(a)より、 $\sigma_{r,i}-N_i$ 関係は、 $P_{max}-N_i$ 関係に比べて $2R$ 依存性が小さいことがわかる。その傾向は、他の膜質の場合も同様である。図7(b)より、 $\sigma_{r,i}-N_i$ 関係は、 $P_{max}-N_i$ 関係に比べて膜質の差が小さいことがわかる。これは、材料定数と、リングクラック半径の影響である。ある N_i に対する時間強度 $\sigma_{r,i}$ を比較すると、アーク式の TiN 膜と電子銃式 TiCN 膜はほぼ同じで、アーク式 TiCN 膜が最も大きいことがわかる。さらに、短寿命域の $\sigma_{r,i}$ はほとんど低下しないが、長寿命域では低下傾向を示すことがわかる。

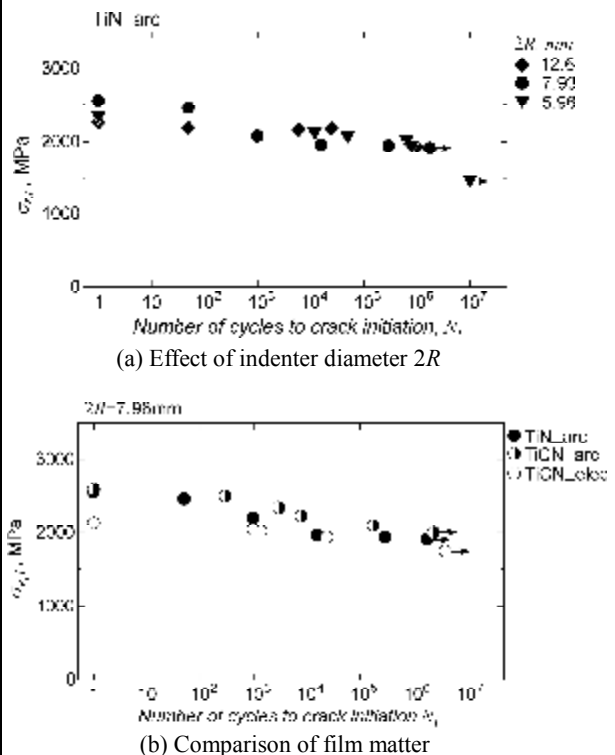


図7 $\sigma_{r,i}-N_i$ 関係

まとめ：

- (1) 静的球圧子押し込み試験におけるリングクラック発生荷重より小さな荷重でも、ある荷重繰返し数で薄膜にリングクラックが発生した。発生位置は最大荷重を使って解

- 析的に求めた接触円の若干外側である。
- (2) 荷重が大きい条件での薄膜の接触領域の様相は、荷重繰返し数の増加に伴って、リングクラックが発生し、その後摩耗が進行、さらにはく離の発生を示す。
 - (3) 薄膜のリングクラック発生後、試験を継続することにより、薄膜には摩耗の進行の様相が観察できた。摩耗の様相は、繰返し押込み試験における最大荷重 P_{max} と最小荷重 P_{min} に対応した接触領域の範囲で確認でき、その領域は酸化により変色している。薄膜の表面観察様相に基づく摩耗特性の定性的評価の可能性、および断面形状の測定に基づく摩耗量の定量的評価の可能性、が示唆された。
 - (4) 長寿命域では、最初に発生したリングクラック近傍、またはその後摩耗領域に発生したリングクラック近傍に、はく離が発生した。はく離領域の基材にはき裂が発生する場合が見られた。
 - (5) リングクラック発生荷重繰返し数 N_i は、明確な最大荷重 P_{max} 依存性を示す。 P_{max} — N_i 関係は、球圧子径 $2R$ に依存し、膜質による相違も認められた。
 - (6) P_{max} 、リングクラック半径、材料定数を使って求めた薄膜における半径方向引張応力 $\sigma_{r,i}$ と N_i の関係は、 P_{max} — N_i 関係に比べると $2R$ 依存性が小さい。ある N_i に対する時間強度 $\sigma_{r,i}$ は、低寿命域では、ほぼ一定であるが、長寿命域では、低下する傾向を示す。膜質による相違も認められた。
 - (7) 長時間の繰返し球圧子押込み試験より、セラミック被覆材におけるき裂発生特性、摩耗特性、はく離発生特性、などの薄膜の耐久特性を評価できる可能性が示された。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 (計 1 件)

高松徹, 田邊裕貴, 和泉遊以, 堀井重希, 繰返し球圧子押込み試験によるセラミック被覆超硬

合金における薄膜の耐久特性評価, 日本機械学会論文集 (投稿中)

〔学会発表〕 (計 5 件)

- (1) 高松徹, 田邊裕貴, 小島一晃, 球圧子押込み疲労試験による TiN 被覆材料における薄膜の強度評価, 日本機械学会関西支部第 5 期定時総会講演論文集, 2010
- (2) 高松徹, 田邊裕貴, 堀井重希, 宗川知加, 球圧子押込み繰返し荷重下の超硬合金 WC-Co 基板, TiN 被覆 WC-Co 基板における薄膜および基板の破壊挙動, 日本機械学会関西支部関西学生会学生生員卒業研究発表講演会, 2011 年 3 月 18 日
- (4) 高松 徹, 田邊裕貴, 和泉遊以, 堀井重希, 球圧子押込み疲労試験による各種セラミック被覆材における薄膜のき裂・はく離発生強度評価, 日本材料学会高温強度・破壊力学合同シンポジウム, 平成 23 年 11 月 25 日
- (5) 高松徹, 田邊裕貴, 和泉遊以, 堀井重希, 球圧子押込み荷重下の各種セラミック被覆材における薄膜の破壊挙動, 日本機械学会関西支部第 87 期定時講演会, 平成 24 年 3 月 16 日

〔図書〕 (計 件) 該当無し

〔産業財産権〕 該当無し

○出願状況 (計 件)
名称:

発明者：
権利者：
種類：
番号：
出願年月日：
国内外の別：

○取得状況（計◇件）

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
取得年月日：
国内外の別：

〔その他〕

ホームページ等
滋賀県立大学

<http://www.usp.ac.jp/japanese/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

高松 徹 (TAKAMATSU TOHRU)

研究者番号：00106890

(2) 研究分担者 該当無し
()

研究者番号：

(3) 連携研究者 該当無し
()

研究者番号：