

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 17 日現在

機関番号：14303

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2012～2014

課題番号：24560098

研究課題名(和文)次世代複合表面改質・熱処理プロセスの確立

研究課題名(英文) Establishment of Advanced Hybrid Treatment Process Composed of Surface Modification and Heat Treatment

研究代表者

森田 辰郎 (MORITA, TATSURO)

京都工芸繊維大学・工学科学研究科・准教授

研究者番号：90239658

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,200,000円

研究成果の概要(和文)：本研究は、各種表面改質および熱処理の複合化に係る学術的知見の蓄積を通じて次世代複合表面改質・熱処理プロセスを確立し、機械製品の高性能化・高効率化に寄与する基盤技術を社会へ提供することを目的として実施された。このプロセスは、プラズマ窒化、ガス窒化、DLC被覆、微粒子衝突処理および短時間2段階熱処理等の処理技術をパーツと見なして適宜複合化し、材料の種別や用途に応じて必要とされる機能性を付与する点に特徴がある。研究の結果、合金鋼およびチタン合金の摩擦摩耗特性、機械的性質および疲労強度を同時に改善可能なプロセスが提案された。

研究成果の概要(英文)：This study was conducted to establish the advanced hybrid treatment processes which contribute for improving the functionalities and the energy efficiency of mechanical products. To accomplish the purpose, we comprehensively accumulated the academic knowledge concerning the combination effect of various surface modification and heat treatment methods such as plasma nitriding, gas nitriding, DLC coating, fine-particle bombarding and short-time duplex heat treatment. In the above hybrid treatment processes, each treatment was considered a component and some of the treatments were suitably combined to produce the required functionalities depending on the usage and materials. As a result, we have proposed the processes which can simultaneously improve the friction-wear properties, mechanical properties and fatigue strength of alloy steel and titanium alloy.

研究分野：機械材料・材料力学

キーワード：複合処理 窒化 DLC被覆 微粒子衝突処理 短時間熱処理 摩擦摩耗特性 機械的性質 疲労強度

1. 研究開始当初の背景

我が国は、すでに世界トップクラスのエネルギー効率を達成しているが、近年における温室効果ガス排出量の削減要求や化石燃料の高騰および電力不足のため、より一層のエネルギー効率の向上が社会的に強く求められている。機械工学分野における具体的な対応策として、精緻な複合表面改質技術の適用による機械部品の摩擦摩耗特性の顕著な改善を通じ、エネルギー損失を極力低減することが挙げられる。同時に、各種熱処理に基づく静的強度や疲労強度の大幅な向上により、機械部品のさらなる軽量化を達成することが重要である。しかし、優れた表面改質技術や熱処理技術は個別に実用化されているものの、それらの複合化による総合的な性能改善に関わる検討は十分ではなかった。

2. 研究の目的

以上を背景とし、本研究は各種表面改質技術および熱処理技術の複合化に係る学術的知見の蓄積を通じて次世代複合表面改質・熱処理プロセスを確立し、機械製品の高性能化・高効率化に寄与する基盤技術を社会へ提供することを最終目的とした。当該プロセスは、個別の処理技術をパーツと見なして適宜複合化し、材料の種別や用途に応じて必要とされる機能性を付与する点に特徴がある。本研究の直接的な目的は、①優れた耐久性を有する表面層を創製し、摩擦摩耗特性を飛躍的に改善すること、②同時に静的強度および疲労強度を顕著に改善することである。

3. 研究の方法

本研究では、汎用性が高い機械構造用合金鋼 SCM440 と、米国チタン市場の 56% を占める代表的な $\alpha + \beta$ 型チタン合金 Ti-6Al-4V を対象材料とした。以下に、各材から作製した供試材 (表 1 および表 2) および実験方法について、それぞれ説明する。

(1) SCM440 鋼

表 1 (*1) に示す条件で調質処理を施した材料を各種試験片形状へ機械加工した後、試験部を鏡面に仕上げた。その後、同表に示す表面処理をそれぞれ施し、調質材を含めて合計 8 種類の供試材を作製した。以後、調質材、プラズマ窒化材、ガス窒化材を UN 材、PN 材、GN 材、これらの材料に DLC (diamond like carbon) 被覆を施した材料を DLC 材、PN/DLC 材、GN/DLC 材と記述する。その他、GN 材に FPB (fine particle bombarding) 処理を施した材料を GN/FPB 材、この材料に DLC 被覆した材料を GN/FPB/DLC 材と記述する。以上の各材について DLC 層の性状、微視組織、硬さ分布、残留応力、摩擦摩耗特性、機械的性質および疲労特性を系統的に調べた。

(2) Ti-6Al-4V 合金

表 2 (*1) に示す条件で焼鈍した材料を各種試験片形状へ機械加工した後、試験部を鏡面に仕上げた。その後、同表に示す処理をそ

れぞれ施し、焼鈍材を含めて合計 5 種類の供試材を作製した。以後、焼鈍材、短時間熱処理材、プラズマ窒化材を AN 材、HT 材、PN 材と記述する。また、PN 材に FPB 処理を施した材料を PN/FPB 材、これに短時間熱処理を組合せて施した材料を PN/HT/FPB 材と記述する。なお、熱処理では媒体として液体 Li を使用した。以上の各材について、微視組織、硬さ分布、残留応力、摩擦摩耗特性、機械的性質および疲労特性を系統的に調べた。

表 1 供試材の種別 (SCM440 鋼)

	Thermal refining *1	PN *2	GN *3	FPB *4	DLC *5
UN	○	—	—	—	—
DLC	○	—	—	—	○
PN	○	○	—	—	—
PN/DLC	○	○	—	—	○
GN	○	—	○	—	—
GN/DLC	○	—	○	—	○
GN/FPB	○	—	○	○	—
GN/FPB/DLC	○	—	○	○	○

*1 Quenching (1123 K, 1.8 ks, water quenching) →tempering (903 K, 3.6 ks, air cooling)

*2 Plasma nitriding (823 K, 3.6 ks)

*3 Gas nitriding (793 K, 216 ks)

*4 FPB (SiC particle, diameter 75 μm , pressure 0.3 MPa)

*5 DLC coating (523 K, 3.6 ks)

表 2 供試材の種別 (Ti-6Al-4V 合金)

	AN *1	PN *2	HT *3	FPB *4
AN	○	—	—	—
HT	○	—	○	—
PN	○	○	—	—
PN/FPB	○	○	—	○
PN/HT/FPB	○	○	○	○

*1 Annealing (1023K,3.6ks, furnace cooling)

*2 Plasma nitriding (1023 K, 14.4 ks)

*3 Short-time duplex heat treatment (1223 K, 60 s, Li quenching→823 K, 40 s, Li cooling)

*4 FPB (high-speed steel, diameter 69 μm , pressure 0.6 MPa→Al₂O₃ particle, diameter 61 μm , pressure 0.4 MPa)

4. 研究成果

(1) SCM440 鋼

① 表面および DLC 層の性状 図 1 に、各材の表面様相およびレーザ顕微鏡による粗さ測定結果を示す。UN 材の表面は平滑であったが、PN 材の表面には若干の凹凸が認められた。化合物層の形成のため、GN 材の表面粗さは比較的大きかった。各 DLC 被覆材の表面は平滑であったが、少量のドロップレットが認められた。しかし、ドロップレットは容易にはく離し、摩擦摩耗特性に影響を及ぼさなかった。

各 DLC 被覆材には厚さ 1.5 μm の DLC 層が形成された (図 2)。表 3 に示すように、ナノ

インデンタにより測定した各 DLC 層の硬さおよびヤング率は同程度であったが、スクラッチ試験により測定した DLC 層の密着力は、DLC 材よりも下地処理を施した PN/DLC 材および GN/DLC 材の方が顕著に高かった。これは DLC 層下に形成された硬化層が DLC 層下に生じる塑性変形を抑制したためである。

②組織、硬さ分布 図3に、各材の表面近傍の組織を示す。プラズマ窒化は低温・短時間の条件で施したため、PN 材の母材部組織は UN 材と同じであった。GN 材の表面近傍の組織は窒化材特有の様相を呈し、表面には厚さ 20 μm の化合物層が形成された。しかし、同材の母材部組織は他材と同様であった。DLC 被覆は組織に影響を及ぼさず、DLC 被覆前後の組織に差異は認められなかった。なお、GN/DLC 材では DLC 被覆前に化合物層を除去した。

DLC 材の硬さは内部まで一様であり、硬さの水準は UN 材と同じであった(図4)。PN 材には厚さ 200 μm、GN 材には 800 μm の硬化層が形成された。DLC 被覆は硬さ分布に影響を及ぼさず、PN 材と PN/DLC 材、GN 材と GN/DLC 材の硬さ分布はそれぞれ同じであった。

③摩擦摩耗特性 図5および図6にピンオン

ディスク形式摩擦摩耗試験(無潤滑、相手材アルミナ球、荷重 3 kgf)の結果を示す。摩擦力は真実接触面積とせん断抵抗(表面硬さ)に関係する。表面硬化材では、真実接触面積は減少するが、せん断抵抗は増加する。この背反する2要因のバランスが異なるため、PN 材の摩擦係数(平均 0.46)は UN 材(0.50)よりも低下する一方、GN 材の摩擦係数(0.68)は上昇した。耐摩耗性は表面硬さが高く、硬化層が厚い GN 材の方が PN 材よりも顕著に改善された(図6)。

DLC 材の摩擦係数は、DLC 層の自己潤滑作用により著しく低い値で推移した(図5)。しかし、試験後半では DLC 層が徐々に失われて摩擦係数が上昇した。一方、PN/DLC 材および GN/DLC 材に顕著な摩耗は生じず、両材の摩擦係数は試験終了(450 m)まで低い値に維持された。

各 DLC 被覆材の差異を明確にするため、摩擦係数が UN 材の値(0.50)に達するまで追加試験を行った(図7)。DLC 材の摩擦係数は比較的早期に UN 材の摩擦係数に達した。一方、PN/DLC 材および GN/DLC 材の摩擦係数はそれぞれ 800 m および 960 m で UN 材の値に達した。両材に認められた顕著な耐久性の改善は、下地処理(窒化)による硬化層の形成が DLC 層下で生じる塑性変形を抑制して DLC 層の平面性を維持し、同時に面圧の上昇が DLC 層のグラファイト化を促進したためと考えられる。後者の効果は厚い硬化層が形成された GN/DLC 材で顕著であり、DLC 被覆材の中で

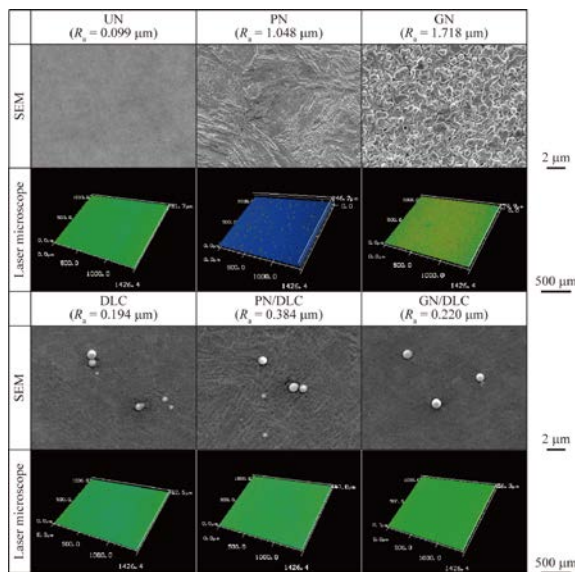


図1 各供試材の表面様相と粗さ

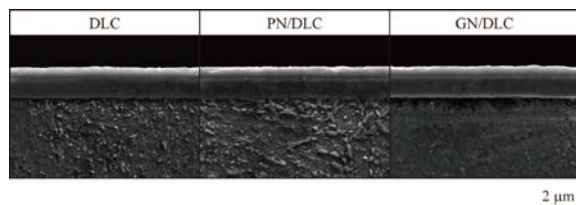


図2 DLC層の断面様相

表3 DLC層の硬さ、ヤング率および密着力

Material	Martens hardness (HM)	Young's modulus (GPa)	Adhesion (N)
DLC	5.7	111	35
PN/DLC	5.7	110	60
GN/DLC	5.2	103	65

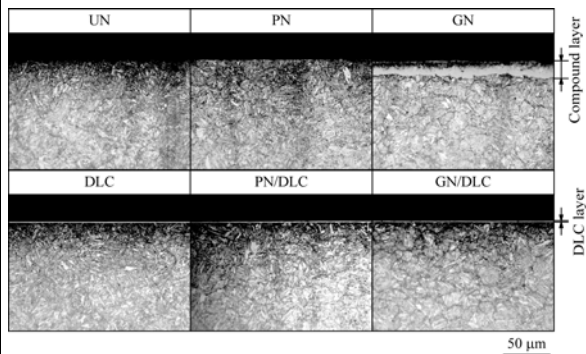


図3 表面近傍の組織

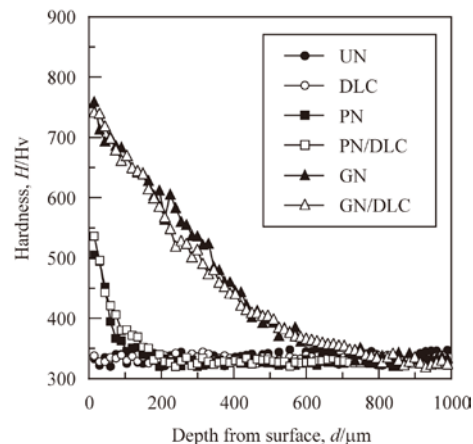


図4 硬さ分布

最も低い摩擦係数を示した。

④機械的性質 先述のように、プラズマ窒化、DLC 被覆および複合処理により、母材部組織に顕著な変化は生じなかった。PN 材の硬化層には小さな割れが生じ、また DLC 層は微細に割れたが(図 8)、これらは破壊形態に影響しなかった。その結果、UN 材、DLC 材、PN 材および PN/DLC 材の機械的性質はほぼ同じであ

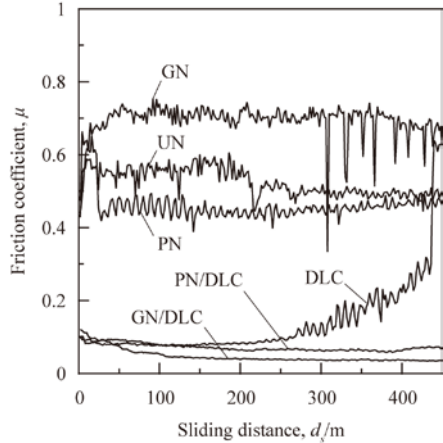


図 5 しゅう動距離と摩擦係数の関係

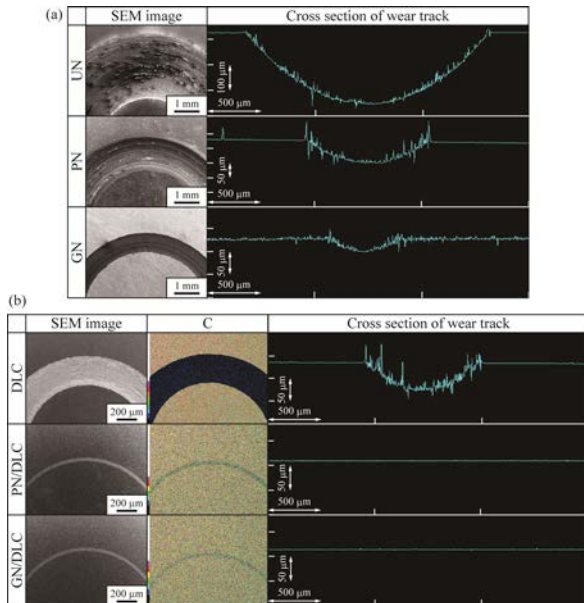


図 6 摩耗痕の様相と断面プロファイル

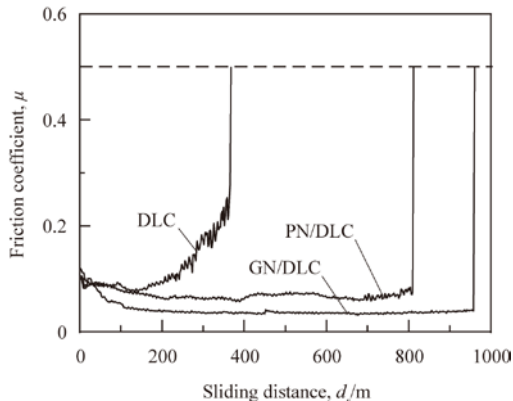


図 7 耐久性確認のための追加実験結果

った(表 4)。GN 材および GN/DLC 材の場合にも引張強度は他材と同じであった。また、それらの破面中央部はディンプルを有する延性的な様相を呈した。しかし、試験片直径に対する硬化層厚さが大であったため、硬化層の割れが延性の低下をもたらした。

⑤疲労特性 UN 材の疲労強度は 500 MPa であり(図 9)、疲労き裂は表面の介在物から発生した後に内部へ進展した(図 10)。DLC 層の形成は介在物からのき裂発生を抑制したため、DLC 材では疲労強度が 28 %改善された。PN 材では、硬化層の形成が介在物からのき裂発生を抑制し、疲労強度は 48 %と大幅に改善された。さらに PN/DLC 材では、DLC 材と同様の理由により PN 材の疲労強度を若干改善した。同材ではもはや表面からき裂が発生せず、き裂は内部の介在物から発生し、フィッシュアイが形成された。

GN 材では、硬化層の形成が表面からのき裂発生を強く抑制したため、疲労強度は 96 %と顕著に改善され、き裂の発生起点は内部の介在物であった。さらに、GN/DLC 材の疲労強度は GN 材よりも若干高かった。このことは、内部からのき裂進展が DLC 層および同層下に発生した圧縮残留応力によって抑制されたためであると推察された。

⑥その他 調査した材料中で GN/DLC 材の性能が最も優れていた。しかし、ガス窒化により形成される化合物層の除去に実用上の難点があった。そのため、FPB 処理により同層を除去した GN/FPB 材およびその後 DLC 被

表 4 機械的性質および残留応力

Material	Mechanical properties					Residual stress (MPa)
	Young's modulus (GPa)	Yield strength (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction in area (%)	
UN	209	1003	1158	13.8	50	-299±12
DLC	209	1004	1146	14.2	51	-167±7
PN	205	1007	1154	13.3	53	-166±13
PN/DLC	214	1009	1152	15.5	50	-287±11
GN	213	1138	1144	1.6	2.9	-304±28
GN/DLC	218	1143	1148	1.4	2.3	-403±21

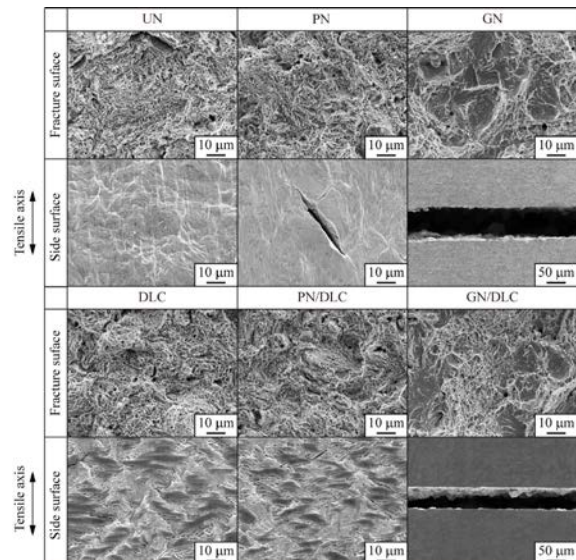


図 8 引張破面および側面

覆を行った GN/FPB/DLC 材について検討した。その結果、GN/FPB 材の機械的性質および疲労特性は GN/DLC 材と同等以上であったが、DLC 層の耐久性は低下した。その他、DLC 層の硬さ調整、二層化および傾斜化について調べた。

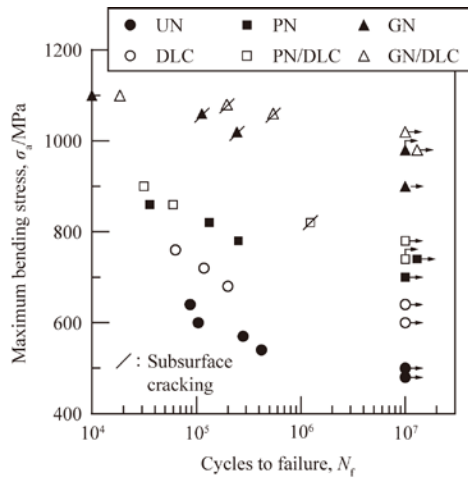


図 9 S-N 曲線

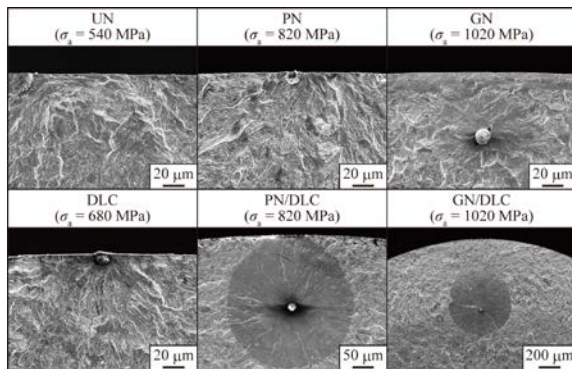


図 10 疲労破面

(2) T-6Al-4V 合金

①硬さ分布 図 11 に示すように、プラズマ窒化により厚さ 40 μm の硬化層が形成された。その後の FPB 処理は PN 材の硬さ分布に影響を及ぼさなかった。短時間熱処理は α' 相を生成 (図 12) し、硬さを 450 Hv まで上昇させた。窒素は α 安定化元素であるため、プラズマ窒化後の短時間熱処理時には α' 相の生成が促進された。その結果、PN/HT/FPB 材では硬化層厚さが 100 μm まで増加した。

②耐摩耗性 硬化層の形成により、PN 材の耐摩耗性は改善された (図 13)。耐摩耗性の改善は、特に PN/FPB 材で顕著であった。一方、HT 材では硬さが上昇したものの、組織的な影響 (残留 β 相の応力誘起変態) に起因して耐摩耗性は改善されなかった。また、PN/HT/FPB 材でも同様の理由により、硬化層厚さが大であったにも関わらず、顕著な耐摩耗性の改善は認められなかった。

③機械的性質 表 5 に示すように、プラズマ窒化にともなう組織成長のため、PN 材および PN/FPB 材の静的強度 (降伏強度, 引張強度) は AN 材よりも若干低かった。一方、短時間

熱処理による組織制御に起因して、HT 材および PN/HT/FPB 材の静的強度は顕著に高い水準に達し、両材の引張強度の改善率はそれぞれ 30% および 36% であった。

④疲労特性 プラズマ窒化により形成された化合物層には低い繰返し応力水準で割れ

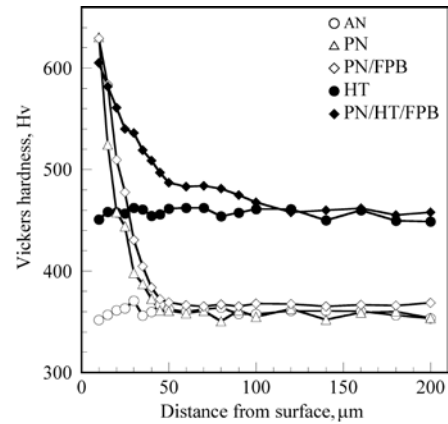


図 11 硬さ分布

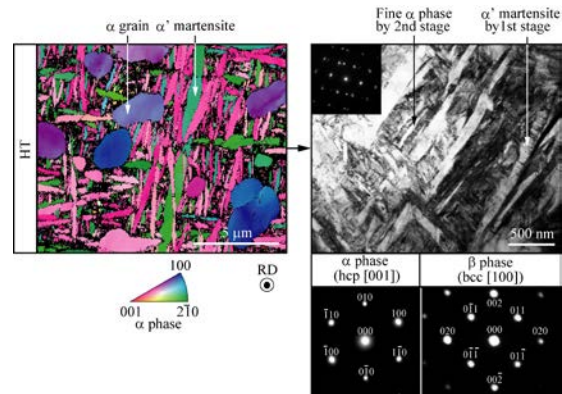


図 12 短時間熱処理材の微視組織

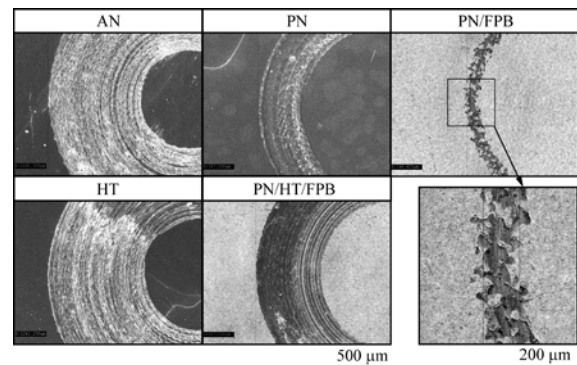


図 13 摩耗痕の様相 (無潤滑, 3 kgf, 200 m)

表 5 機械的性質

Material	Young's modulus (GPa)	Yield strength (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction in area (%)	Residual stress (MPa)
AN	107	967	1022	10	45	-27 ±7
PN	102	908	959	11	37	-103 ±14
PN/FPB	105	913	985	10	34	-385 ±51
HT	111	1228	1331	8	49	-163 ±38
PN/HT/FPB	112	1241	1392	6	31	-417 ±74

が生じ、停留することなく進展した(図15). その結果、PN材の疲労強度はAN材よりも低下した(図14). 一方、短時間熱処理は大幅に疲労強度を改善し、HT材における改善率は27%であった.

FPB処理による化合物層の除去と圧縮残留応力の付与は、表面からのき裂発生を抑制したため、PN/FPB材ではき裂が内部から発生した. 同時に、疲労強度は33%向上した. さらに、短時間熱処理を組み合わせることにより、内部からのき裂発生が抑制された結果、PN/HT/FPB材の疲労強度の改善率は59%と著しく高い水準に達した.

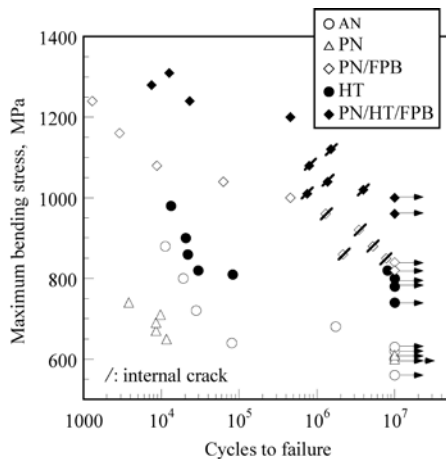


図14 S-N曲線

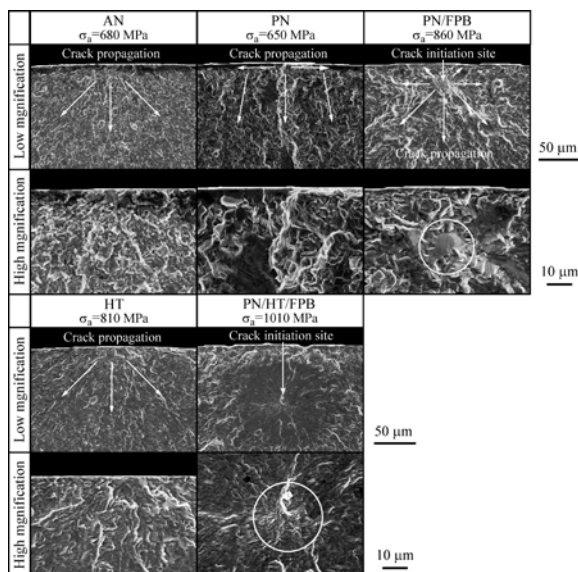


図15 疲労破面

5. 主な発表論文等(研究代表者には下線) 〔雑誌論文〕(計9件)

- ① T. Morita, K. Asakura, C. Kagaya: Effect of Combination Treatment on Wear Resistance and Strength of Ti-6Al-4V Alloy, Materials Science and Engineering A, 618 (2014), 438-446, 査読有.
DOI:10.1016/j.msea.2014.09.042
- ② T. Morita, N. Uehigashi, C. Kagaya:

Improvement of Fatigue Strength of Ti-6Al-4V Alloy by Hybrid Surface Treatment Composed of Plasma Nitriding and Fine-Particle Bombarding, Materials Transactions, 54-9 (2013), 1719-1724, 査読有.

DOI:10.2320/matertrans.M2013228

- ③ T. Morita, Y. Hirano, K. Asakura, T. Kumakiri, M. Ikenaga, C. Kagaya: Effects of Plasma Carburizing and DLC Coating on Friction-Wear Characteristics, Mechanical Properties and Fatigue Strength of Stainless Steel, Materials Science and Engineering A, 558 (2012), 349-355, 査読有.
DOI: 10.1016/j.msea.2012.08.011

〔学会発表〕(計14件)

- ① K. Inoue, T. Morita, Y. Usui, K. Hirata, M. Ikenaga: Effect of Hybrid Treatment Composed of Gas Nitriding and DLC Coating on Friction-Wear Characteristics of Steel, the 16th International Conference on Experimental Mechanics, ICEM16, (2014.7.7), Cambridge, UK.
- ② 津田千嘉, 森田辰郎, 刈屋翔太: 複合処理を施したTi-6Al-4V合金の耐摩耗性, 日本金属学会2014年春季講演大会, (2014.3.21), 東京工業大学, 東京都.
- ③ 井上健太, 森田辰郎, 丁 驍騰, 平田健介, 臼井可隆, 池永 勝: DLC被覆を最終処理とする複合表面改質を施したSKD11鋼の摩擦・摩耗特性および疲労強度, 日本金属学会2013年秋季講演大会, (2013.4.17), 金沢大学, 石川県金沢市.

〔図書〕(計0件)

〔産業財産権〕

○出願状況(計0件)

○取得状況(計0件)

〔その他〕

ホームページ

<http://www.cis.kit.ac.jp/~morita/jp/index.html>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

森田 辰郎 (MORITA, Tatsuro)

京都工芸繊維大学・工芸科学研究科・准教授

研究者番号: 24560098

(2) 研究分担者

(なし)

(3) 連携研究者

(なし)