

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 12 日現在

機関番号：12101

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2016

課題番号：25420005

研究課題名(和文) ナノ傾斜構造化複合表面改質によるドライ摺動アルミニウム合金の開発

研究課題名(英文) Development of wear-resistant aluminum alloy by multilayer coating with gradient hardness at nano-scale thickness

研究代表者

中村 雅史 (Nakamura, Masashi)

茨城大学・工学部・准教授

研究者番号：60302329

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,000,000円

研究成果の概要(和文)：本研究の目的はUBMS装置による成膜工程のみでDLC膜とAl合金の密着性を向上させ、苛酷環境に耐えるドライ摺動Al合金を創製することである。まず、UBMS成膜条件が膜の硬さや弾性率や成膜速度に及ぼす影響について明らかにし、Al合金上に膜厚及び硬さをナノレベルで段階的に制御した硬度傾斜AlN膜、硬度傾斜AlCrN膜を成膜できた。次に、中間層に硬度傾斜AlN膜、最表面にDLC膜を成膜したAl合金は、低摩擦係数を示し、摩耗寿命が向上することを明らかにした。さらにDLC/AlN皮膜が疲労強度信頼性を低下させないことを明らかにした。以上から、本研究で開発したAl合金は摺動機器等への利用が期待される。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this research is to improve the adhesion between the DLC film and Al alloy by only in the film depositing process by UBMS equipment and to create Al alloy which can withstand harsh environments used at dry sliding. First, we clarified the effect of UBMS film depositing conditions on film hardness, elastic modulus and film depositing rate, and could be deposited hardness gradient AlN film and hardness gradient AlCrN film with film thickness and hardness controlled step by step on Al alloy. Next, it was revealed that Al alloy having a hardness gradient AlN film as the intermediate layer and a DLC layer on the outermost surface shows a low friction coefficient and wear life is improved compared to DLC having no gradient AlN film. Furthermore, it was clarified that the DLC/AlN film does not lower the fatigue strength reliability. Based on the above, the Al alloy developed in this research is expected to be used for sliding machines component.

研究分野：表面改質，破壊力学，材料力学，トライボロジー

キーワード：ダイヤモンドライクカーボン アルミニウム合金 表面改質 トライボロジー UBM sputtering 硬度 傾斜膜

## 1. 研究開始当初の背景

近年、表面改質技術の進歩はめざましく、種々の成膜方法が開発され工業的に広く応用されている。その中でも特にダイヤモンドライクカーボン (DLC) 膜は、ダイヤモンド並みの硬さおよびグラファイト並みの摩擦係数 0.1 を有し、極めて優れた潤滑性・高耐摩耗性を発現することから、切削工具や自動車部品の摩擦摩耗特性の改善のための表面改質法として期待されている。しかしながら、アルミニウム (Al) 合金への適用された例は極めて少ない。これは、やわらかい Al 合金と硬い DLC 膜の硬度差が非常に大きいこと、DLC 膜の主成分である炭素と Al 合金とが反応し難いことなどが主な要因となっているためである。これらの要因を克服するため、従来の Al 合金への DLC 膜の成膜では、微粒子衝突処理により密着性を向上させる技術が考案されて実用化している。これは微粒子を高速で Al 合金に高速衝突させて Al 合金基材の表面の硬度を上げて DLC 膜との硬度差を小さくすること、また、微粒子衝突により DLC 膜と反応する (相性の良い) 成分を Al 合金の表面に打ち込むことによって密着性を向上させる技術である。しかしながらこの方法は、DLC 膜の成膜工程で「微粒子衝突処理」→「研磨処理」→「PVD による DLC 成膜処理」の 3 段階の工程を個々別々に経る必要があり、時間とコストを要するといった問題点がある。

## 2. 研究の目的

本研究の目的は、UBMS 成膜工程のみで DLC 膜と Al 合金の密着性を高度に向上させるナノ表面改質法を開発し、極苛酷環境に耐える革新的なドライ摺動 Al 合金を創製すること、併せて DLC 被服 Al 合金のオイルレスで摩擦係数 0.1 以下の潤滑性、高耐摩耗性および疲労信頼性を保証することである。

## 3. 研究の方法

UBMS 装置による成膜工程の 1 工程のみでやわらかい Al 合金と硬い DLC 膜との密着性を高度に向上させるナノ表面改質法を開発し、さらにその疲労信頼性保証を実施し、極苛酷環境に耐える革新的なドライ摺動 Al 合金を創製するため、以下の研究項目について研究を遂行する。

### (1) 硬さを制御した軟～硬質膜の成膜法

UBMS 装置を使用して成膜条件 (スパッタ電力、バイアス電圧、ガス圧力) が膜の硬さや弾性率に及ぼす影響について調査した。基材を超鋼として、膜の材料は Al 合金との相性を考慮して AlN および AlCrN について検討した。

### (2) 硬さの傾斜構造を有する中間層膜の成膜法

上記(1)での成果に基づいて A7075 合金に AlN と AlCrN 膜の硬さを軟らかい～硬い膜へと変化させた積層膜 (硬さの傾斜構造膜) を成膜できるか否かを調査した。

一例として AlN 膜の傾斜膜について詳細を以下に示す。段階的に軟らかい膜から硬い膜へと硬度を変化させて積層するために、成膜時の窒素ガス導入量を 13 ml/min から 20 ml/min まで、1 ml/min ずつ 8 段階に増加させることで、硬さを 6 から 25GPa に増加させて成膜した。スパッタ電力は 1 kW、バイアス電圧 50 V、ベース圧力  $2.6 \times 10^{-3}$  MPa、ヒーター温度を 473K として成膜した。成膜時間は 240 分である。AlN 膜の成膜後、DLC 膜を C ターゲット板を用い、CH<sub>4</sub> ガスと Ar ガスの混合気体により成膜した。また、DLC 膜と AlN 膜の中間層は W (タングステン) と DLC の Metal-DLC の傾斜膜とした。DLC の成膜温度を 473K は成膜した。

### (3) DLC/傾斜構造複合膜被服 Al 合金の摩擦摩耗特性とその要因解析

DLC/AlN<sub>G</sub> 膜の摩擦摩耗試験をボールオンディスク型摩擦摩耗試験により、相手材を 6[mm]の Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、負荷荷重 10[N]、摺動速度 3.0[cm/s]、回転半径を 8[mm]、常温 25[ ]、大気中で行った。比較材として中間層無しで DLC を成膜した DLC 材、硬度を傾斜していない単層膜を中間層として成膜した膜を準備した。単層の中間層膜は窒素導入量を変えて硬さの異なる 2 種類を準備した。すなわち、窒素含有量が少ない DLC/AlN<sub>15</sub> 材 (AlN 硬さ: 10GPa)、窒素含有量が多い DLC/AlN<sub>20</sub> 材 (AlN の硬さ: 20GP) である。また、試験後の摩耗痕観察および摩耗断面のプロファイル観察を SEM およびレーザー顕微鏡にて行った。

### (4) DLC/傾斜構造複合膜被服 Al 合金の疲労強度信頼性保証とその要因解析

硬質膜を成膜された材料は疲労強度の低下が懸念される。そこで、中間層に AlN の傾斜構造膜、最表面に DLC 膜 (以降 DLC/AlN<sub>G</sub> 膜) を成膜した A7075 合金について疲労試験を実施して、疲労強度信頼性及ばす皮膜の影響について検討した。疲労試験は電気油圧式サーボ疲労試験機を用いた。試験条件は振動数 30 Hz、応力比 0.1 の正弦波荷重にて行った。試験後、走査型電子顕微鏡 (VE-7800, Keyence) により破面観察を行った。

## 4. 研究成果

### (1) 硬さを制御した軟～硬質膜の成膜

AlN 膜は成膜時の窒素のガス導入量を調整することで硬さを 6～25GPa、AlCrN 膜はスパッ

夕電圧とバイアス電圧を調整することで 20 ~ 40GPa 程度まで制御できることが分かった。一例として、図 1 に AlN 膜の硬さおよび弾性率の窒素導入量の関係について示す。窒素導入量が 10 から 20ml/min に増加すると硬さおよび弾性率は増加していることが分かる。

(2) 硬さの傾斜構造を有する中間層膜の成膜結果

図 2 に超微小硬度計による測定例として硬度を 6 ~ 25GPa で傾斜化した AlN 膜 (以降 AlN<sub>G</sub> 膜) の押し込み試験の結果を示す。本図より AlN においては硬さの傾斜構造膜が成膜されていることが分かる。すなわち、表面付近が高硬度で表面からの距離が大きくなるにしたがって徐々に硬さが低くなる皮膜が成膜された。一方、窒素含有量を一定 (20ml/min) で成膜した材料すなわち硬度を

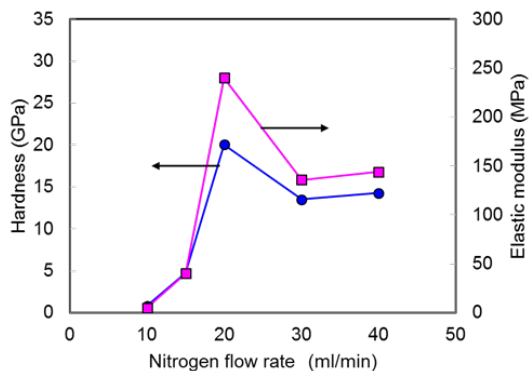


図 1 AlN 膜の成膜時の窒素導入量と硬さおよび弾性率の関係。

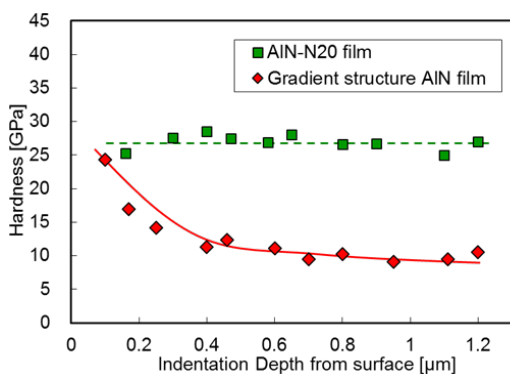


図 2 硬さと硬さ試験における押し込み深さの関係

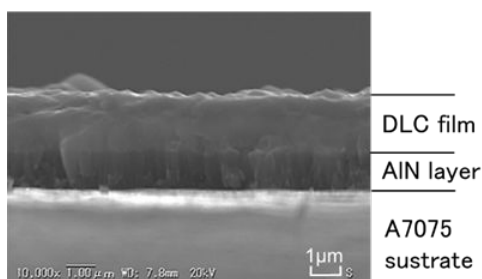


図 3 DLC/AlN<sub>G</sub> 膜の断面写真

傾斜していない単層膜を中間層として成膜した膜は押し込み深さによらず硬さは一定である。図 3 に DLC/AlN<sub>G</sub> 膜を成膜した A7075 合金の断面写真を示す。DLC が 2 μm, AlN<sub>G</sub> が 1.6 μm 成膜されていることが分かる。

(3) DLC/傾斜構造複合膜被服 Al 合金の摩擦摩耗特性とその要因解析

AlN 膜を中間層とした各供試材についてのボールオンディスク試験機による摩擦摩耗試験結果を図 4 に示す。図 4 より、いずれの供試材も摩擦係数は DLC の摩擦係数である 0.1 程度の値になっていることが分かる。その中でも DLC/AlN<sub>G</sub> 材の摩擦係数が最も小さく、その振れ幅も最も小さいことが分かる。さらに摩耗寿命について見ると、中間層膜の相違によって寿命に相違が認められる。すなわち、各供試材の摩擦係数が 0.2 に到達した摺動回数を摩耗寿命として判断すると、DLC/AlN<sub>15</sub> 材は 4.6 倍、DLC/AlN<sub>20</sub> 材は約 8 倍、DLC/AlN<sub>G</sub> 材は約 10 倍、DLC 材と比較しての摩耗寿命が向上することが分かる。

(4) DLC/傾斜構造複合膜被服 Al 合金の疲労強度信頼性保証とその要因解析

図 5 に A7075 合金と A7075 合金に DLC/AlN<sub>G</sub> 膜を成膜した材料 (DLC/AlN 材) および AlN<sub>G</sub> 膜のみを成膜した材料 (AlN 材) の疲労試験結果を示す。図 5 より DLC/AlN<sub>G</sub> 材の疲労信頼性は低下しないことが分かった。すなわち、DLC/AlN<sub>G</sub> 材の疲労信頼性は高応力では未処理材と同程度であり、低応力側で

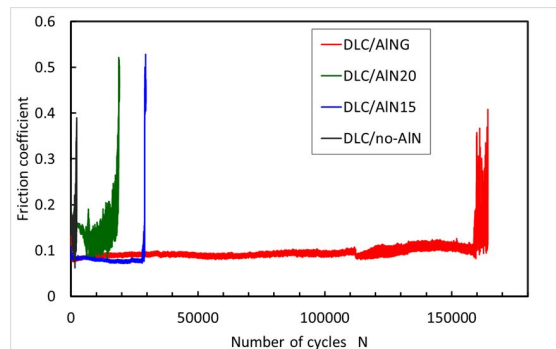


図 4 ボールオンディスク試験結果

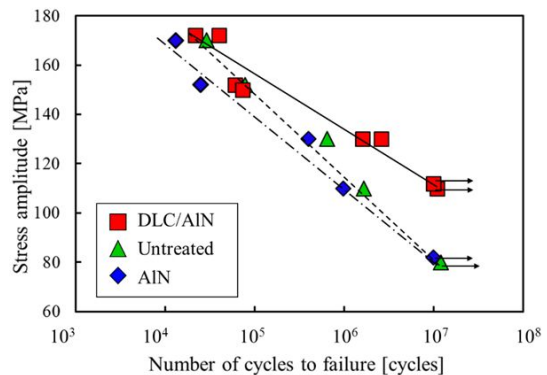


図 5 疲労試験結果

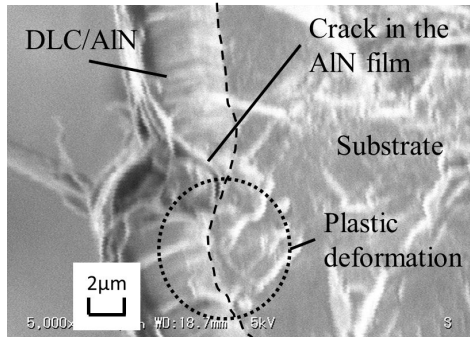


図 6 DLC/AIN<sub>G</sub> 被覆材料のき裂発生部における SEM 画像

は 10<sup>7</sup> 回疲労強度で未処理材と比較して 1.4 倍程度向上することが分かった。一方、DLC/AIN<sub>G</sub> 膜の中間層である AIN<sub>G</sub> 膜のみを成膜した材料は未処理材と比べて低下した。そこで SEM による破面観察を行ないこの要因を調べた。その結果、AIN<sub>G</sub> 材では膜表面に無数の微小亀裂が発生しそこから疲労き裂は発生して破断することが分かった。一方、DLC/AIN<sub>G</sub> 材では膜表面には微小亀裂は発生せず、図 6 に示すように中間層の AIN<sub>G</sub> 膜に微小な亀裂が発生しており、DLC 膜との界面でき裂が停止していることが分かった。このことから、疲労信頼性の向上は疲労き裂の発生寿命に起因することが示唆された。すなわち、AIN<sub>G</sub> 材では表面の AIN<sub>G</sub> 膜が低靱性で割れやすいためき裂が発生しやすく疲労寿命が低下するが、DLC/AIN<sub>G</sub> 膜は最表面の DLC 膜によって AIN<sub>G</sub> 膜の割れを抑制し疲労き裂の発生が遅延するために疲労寿命が向上することが示唆された。さらに残留応力が高いことも疲労寿命向上の要因として認められた。

以上から、DLC/AIN<sub>G</sub> 複合表面改質 Al 合金は、耐摩擦摩耗性が改善されるばかりか、疲労強度も低下しないことが明らかとなった。このことから、本研究で提案したナノ傾斜構造化複合表面改質を施した Al 合金は信頼性・安全性の観点からも実用部材として適用可能であると考えられる。

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計 2 件)

中村雅史・高森 悠紀 「DLC/AIN 複合表面改質を施したアルミニウム合金の疲労信頼性評価」『日本機械学会論文集』第 82 巻第 840 号, 16-00157 頁, 2016.6, 査読有り

Masashi NAKAMURA, Sadayuki KUBOTA, Hideto SUZUKI & Tadao HARAGUCHI, “Wear and Friction Characteristics of AIN/Diamond-Like Carbon Hybrid Coatings on Aluminum Alloy”, *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol.24, No.10, pp.3789-3797, 2015.10

〔学会発表〕(計 10 件)

中村雅史, 高森悠紀, DLC/AIN 複合表面改質を施した A7075 合金の疲労特性, 軽金属学会第 131 回秋季大会, 2016.11

Masashi NAKAMURA, Yuki TAKAMORI and Yuma IWAMOTO, “Wear and Friction Characteristics of AIN/AlCrN Hybrid Coatings on Aluminum Alloy”, Proc. of The 10th Asia-Pacific Conference on Fracture and Strength; APCFS2016, CD-ROM, 2016.9

高森悠紀, 中村雅史, 硬さ傾斜構造化 Hybrid 表面改質による A7075 合金の摩擦特性の改善, 軽金属学会関東支部第 5 回若手研究者ポスター発表会, 2016.8

高森悠紀, 中村雅史, DLC/AIN 複合表面改質を施した A7075 合金の疲労信頼性評価, 第 24 回日本機械学会茨城講演会, 2016.8

中村雅史, 高森悠紀, DLC/AIN 複合表面改質を施した A7075 合金の疲労信頼性評価, 軽金属学会第 129 回秋期大会, 2015.11

中村雅史, 岩本雄磨硬さ傾斜構造化 Hybrid 表面改質による A7075 合金の摩擦摩耗特性の改善, 軽金属学会第 129 回秋期大会, 2015.11

中村雅史, 鈴木秀人, 原口忠男, 岩本雄磨, AlCrN/AIN 複合表面改質による Al 合金製摺動部品の高機能化, 日本機械学会茨城講演会, 2014.9

中村雅史, 鈴木秀人, 原口忠男, 久保田禎之, DLC 表面改質による Al 合金の耐摩耗性と疲労強度の向上, 日本機械学会茨城講演会, 2014.9

中村雅史, 鈴木秀人, 久保田禎之, Al 合金の疲労寿命に及ぼす中間層を制御した DLC 表面改質の影響, 日本機械学会 M&M2014, 2014.7

中村雅史, 鈴木秀人, 岩本雄磨, AlCrN/AIN 複合表面改質による A7075 合金の摩擦摩耗特性の改善, 日本機械学会 M&M2014, 2014.7

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

○出願状況 (計 0 件)

名称:  
発明者:  
権利者:  
種類:  
番号:  
出願年月日: 平成 年 月 日  
国内外の別:

○取得状況 (計 0 件)

名称:  
発明者:  
権利者:

種類：

番号：

出願年月日：平成 年 月 日

取得年月日：平成 年 月 日

国内外の別：

〔その他〕

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

中村 雅史 (Masashi NAKMURA)

茨城大学・工学部・准教授

研究者番号：60302329

### (2) 研究分担者

鈴木 秀人 (Hideto SUZUKI)

茨城大学・工学部・名誉教授

研究者番号：30090369

崎野 純子 (Junko SAKINO)

茨城大学・工学部・技術職員

研究者番号：40272116

### (3) 連携研究者

( )

研究者番号：