

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 16 日現在

機関番号：24201

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25420025

研究課題名(和文) 転がり接触荷重の繰返し負荷によるセラミックス薄膜の密着強度評価に関する研究

研究課題名(英文) Study on Evaluation of Adhesive Strength of Ceramic Coating by Cyclic rolling contact loading

研究代表者

田邊 裕貴 (Tanabe, Hirotaka)

滋賀県立大学・工学部・准教授

研究者番号：00275174

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,500,000円

研究成果の概要(和文)：セラミックス被覆材での転がり疲労による界面はく離発生挙動に着目し、その寿命を評価パラメータとした密着強度評価の新技术開発を目指した。薄膜の種類および密着強度や膜硬さの異なる試験片を種々用意し、転がり疲労による薄膜の界面はく離発生寿命とスクラッチ試験により得られる密着強度との関係を調べた。その結果、一部例外もあったが、スクラッチ試験結果と界面はく離発生寿命の間に対応関係が認められ、転がり疲労による界面はく離発生寿命をパラメータとした密着強度評価の可能性が示された。

研究成果の概要(英文)：The objective of this study was to develop a new method to evaluate the adhesive strength of ceramic coating. In this study, the delamination initiation behavior of ceramic coating under the rolling contact fatigue condition was noticed, and the experiments to investigate the relationship between the delamination initiation life and the adhesive strength were carried out. TiAlN coated specimens and CrAlN coated specimens, with various adhesive strength and film hardness, were prepared, and the rolling contact fatigue tests were carried out for these specimens. The delamination initiation life of each specimen was obtained, and the relationship between the delamination initiation life and the adhesion strength obtained by scratch test was investigated. Although there were some exceptions, the correlation between them was recognized, and the new method to evaluate the adhesive strength based on this relationship was expected.

研究分野：材料強度学

キーワード：密着強度 薄膜 はく離 転がり疲労

1. 研究開始当初の背景

セラミックス薄膜は、高硬度、高強度で、耐熱性、耐摩耗性、耐食性等に優れることから、金型、切削工具、摺動部品などの高機能化を図るために様々な分野で利用されている。ところで、セラミックス薄膜が如何に優れた特性を有していても、密着強度が不十分であればその効果を発揮できないため、密着強度の向上は極めて重要な課題である。そのため、成膜法、成膜装置、多層化、熱処理等、密着強度向上のための様々な研究が行われ、最近では従来と比べ格段に優れた密着強度を有するセラミックス薄膜の作製が可能となった。

一方、密着強度が改善された結果、新たに浮上してきたのが、密着強度の測定に関する問題である。密着強度評価の代表的手法であるスクラッチ試験では、界面はく離が発生せず評価不能となる場合も起こるようになってきた。また、スクラッチ試験では、圧子にダイヤモンド円錐(ロックウェルCスケール圧子)を使用するために、小さな荷重でも容易に基材の塑性変形が生じ、その結果として試験結果に基材硬さの影響が反映される。そのため、基材硬さが異なる場合には、密着強度の定性的な比較でさえも困難となる。さらに、既に述べたように薄膜の密着強度が改善されたことにより、はく離を発生させるためには従来よりも大きな荷重が必要とされるようになってきた。その結果、試験時に発生する塑性変形は以前にも増して大きくなり、密着強度の評価はさらに困難になってきている。

以上のような背景から、”非常に高い密着強度”を有する薄膜の密着強度評価や、”基材硬さの異なるセラミックス被覆材”の密着強度の定量比較が可能な新たな手法の開発が望まれている。

2. 研究の目的

本研究課題の目的は、セラミックス薄膜の密着強度評価のための新手法を開発することである。転がり疲労による界面はく離の発生に着目し、これまで困難であった”非常に高い密着強度”を有する薄膜の密着強度評価や、”基材硬さの異なるセラミックス被覆材”の密着強度の定量比較が可能な新手法の開発を目指す。

3. 研究の方法

(1) 試験片

基材の供試材には、炭素工具鋼 SK105 を用いた。基材の寸法は 55mm×55mm×5mm とし、表面はラップ仕上げとした。

本基材に対して、アークイオンプレーティング法により CrAlN 薄膜、TiAlN 薄膜を成膜し、二種類のセラミックス被覆試験片を作製した。膜厚はいずれも 2.5 μ m とした。

機械的特性の異なる複数のセラミックス被覆試験片を作製するために、それぞれの被

覆試験片に対してレーザー熱処理を実施した。成膜後レーザー熱処理は、研究代表者が科学研究費等の支援を得て開発した表面改質手法であり、セラミックス被覆鋼の密着強度をはじめとする機械的特性の向上に有効な方法である。

成膜後レーザー熱処理には、高出力半導体レーザー(Laserline, 最大出力 4kW, 波長 935nm)を使用した。転がり疲労試験(後述)におけるボールの転走軌道(直径 38.6mm)にレーザー照射部を一致させるために、図1のように試験片を回転させながらレーザー熱処理を行った。試験片表面におけるレーザーのビームサイズは 5mm×3mm とし、試験片の回転速度は 12.4 rpm とした。2種類の被覆鋼に対して、それぞれ6種類のレーザー出力でレーザー熱処理を実施した。使用したレーザーに対する各薄膜の吸収率は、CrAlN が 82%, TiAlN が 65% であり、レーザー出力にこれらの値を乗じることによって各条件での入熱量が求められる。図2には、レーザー熱処理した試験片の表面の一例として、レーザー出力 800W(入熱量 656W)にてレーザー熱処理を施した CrAlN 被覆試験片の表面を示した。試験片表面の色が薄く見えるリング状の部分がレーザー照射部である。

本研究では、転がり疲労によるはく離発生挙動に着目した密着強度評価法の開発を目的とするが、その結果の妥当性を示すためには比較対象となるデータが必要となる。本研究では、まず、現状での密着強度評価手法の代表的手法であるスクラッチ試験での結果を比較対象とすることにした。

図3に、成膜後レーザー熱処理した CrAlN 被覆試験片、TiAlN 被覆試験片における薄膜の密着強度を、スクラッチ試験により測定した結果を示す。図中には、比較のためにそれぞれの未熱処理試験片での薄膜の密着強度もあわせて示した(実線: CrAlN 被覆鋼, 破線: TiAlN 被覆鋼)。いずれの薄膜もレーザー熱処理により密着強度は向上した。また、両薄膜とも密着強度はレーザー照射による入熱量に対して概ね増加傾向を示した。ただし、最大の入熱量ではいずれも減少に転じる傾向が認められた。このように、同一の基材、薄膜の

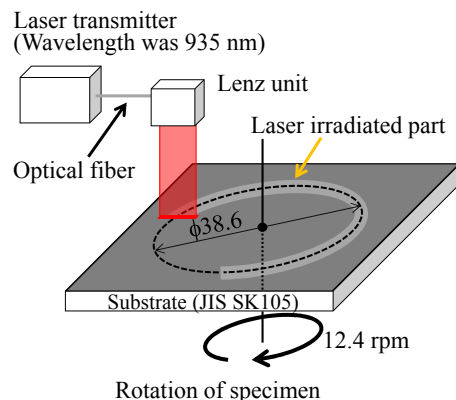


図1 レーザ照射方法

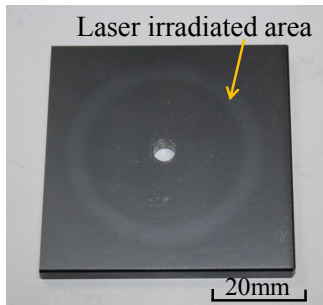


図2 レーザ照射した CrAlN 被覆試験片

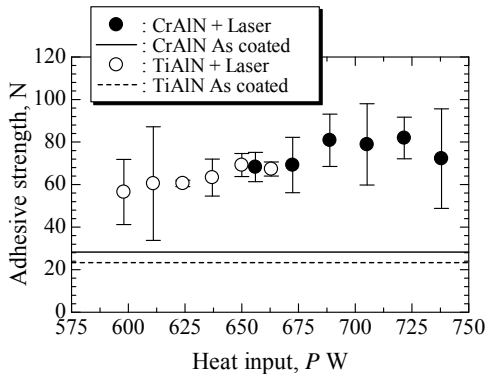


図3 密着強度測定結果

組合せで、密着強度の異なる試験片を複数作製することができた。

なお、成膜後レーザ熱処理による密着強度の向上や、入熱量の増加に伴う密着強度の増加の要因については、高周波グロー放電発光分光分析により測定した界面近傍の元素分布から、界面における拡散層形成やその厚さが関与していることを実験的に確認している。

(2) 実験方法

転がり接触荷重の繰返し負荷には、球 - 平板接触式スラスト型転がり疲労試験機（鹿島化学金属㈱）を使用した。本試験機の模式図を図4に示す。試験にはスラスト玉軸受 JIS 51305（日本精工㈱）を用いた。ボールは SUJ2 製で直径は 9.525mm、個数は 11 である。ボールの転走軌道直径は 38.6mm である。試験

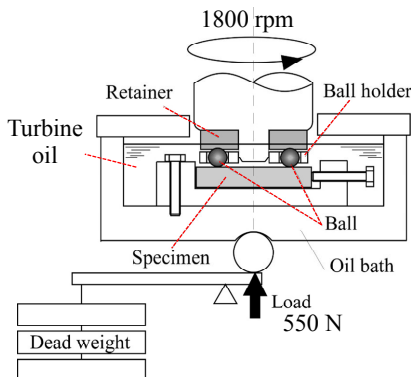


図4 転がり疲労試験機模式図

は油浸条件下で実施した。潤滑油にはタービン油（MIL-PRF23699，昭和シェル㈱）を用いた。軸回転数は 1800rpm，荷重は 550N とした。薄膜のはく離発生の有無を確認するために、試験を適宜中断し、デジタルマイクロスコープ（VH8000，㈱キーエンス）で表面観察を行った。

4. 研究成果

(1) 実験結果

各試験片に対して転がり疲労試験を実施し、はく離発生寿命やはく離の成長挙動を調べた。

図5に、転がり疲労試験により発生したはく離の一例として、入熱量 $P = 624 \text{ W}$ でレーザ熱処理した TiAlN 被覆試験片に発生したはく離（はく離発生繰返し数 $N = 6.0 \times 10^7$ ）の光学顕微鏡観察画像を示す。同図に示すとおり、転走軌道には、スクラッチ試験におけるスクラッチ痕のような目立った塑性変形は認められず、その表面はほぼ平坦であった。このことは、CrAlN 被覆試験片も含め、全ての条件で同様であった。このことから、スクラッチ試験に比べて、測定結果に対する基材硬さ依存性を抑えることができると考えられた。

つぎに、はく離発生寿命をレーザ熱処理時の入熱量で整理した結果を図6に示す。CrAlN 被覆試験片では、入熱量が 656W から 722W の範囲で、入熱量の増加に伴いはく離発生寿命が向上する傾向が認められたが、

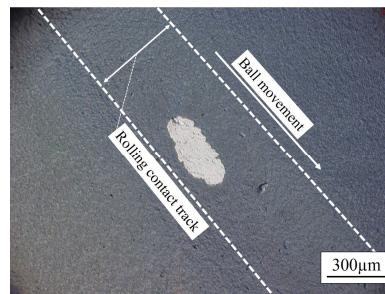


図5 TiAlN 被覆試験片に発生したはく離 ($P = 624 \text{ W}$, $N = 6.0 \times 10^7$)

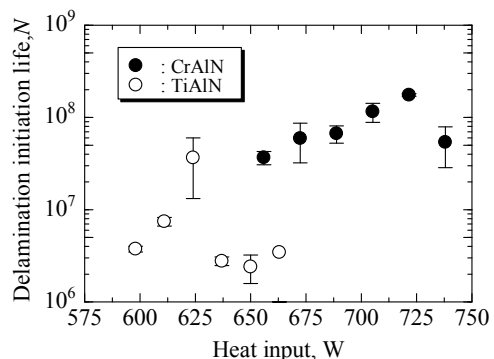


図6 はく離発生寿命測定結果

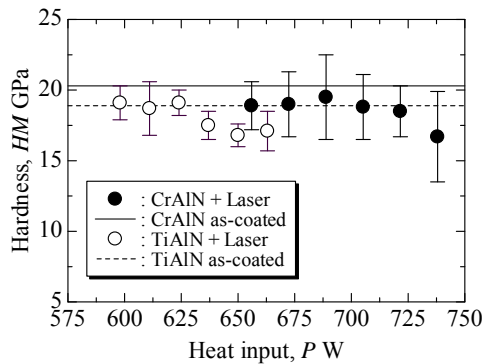


図7 膜硬さ測定結果

738W では 722W に比べて大幅に低下した。TiAlN 被覆試験片では、入熱量が 598W から 624W の範囲で CrAlN 被覆試験片と同様に、はく離発生寿命が向上する傾向が認められたが、入熱量が 637W 以上になると 624W に比べて低下した。CrAlN 被覆試験片では、密着強度とはく離発生寿命の間に類似の変化傾向が認められた。TiAlN 被覆試験片においても、入熱量が 624W までは密着強度とはく離発生寿命の間に類似の変化傾向が認められたが、それより大きな入熱量では両者に対応は認められなかった。

比較的大きな入熱量で処理した場合に、両被覆試験片で早期にはく離が発生した原因を調べるために、超微小硬さ試験により膜硬さを測定し、入熱量と膜硬さの関係を調べた。超微小硬さ試験では圧子の押し込み深さは膜厚の 1/10 の 0.25 μm とした。図 7 にその結果を示す。TiAlN 被覆試験片、CrAlN 被覆試験片ともに、はく離発生寿命の低下が認められた条件で、膜硬さの顕著な低下が認められた。過剰なパワーでのレーザー照射により膜硬さの低下が生じ、その結果として、密着強度が高いにもかかわらず早期にはく離が発生したと考えられた。TiAlN は、CrAlN に比べ耐酸化温度が低いため、レーザー熱処理により薄膜の酸化が生じやすく、また酸化により脆化しやすい傾向にある。このため、より低い入熱量ではく離発生寿命の低下が生じたと考えられた。

顕著な膜硬さの低下が生じた先の条件を除けば、はく離発生寿命と密着強度の間には良好な対応関係が認められた。また、入熱量に対するはく離発生寿命の変化は、入熱量に対する密着強度の変化に比べて明確であった。スクラッチ試験では、測定時に基材の塑性変形が生じ、測定結果に本来の界面強度が反映されにくい場合があるが、小さな接触応力を繰返し負荷する転がり疲労試験では、塑性変形の影響が小さく、界面強度がより強く結果に反映されたためであると考えられた。

以上より、転がり疲労による界面はく離発生寿命をパラメータとすることにより、密着強度を評価できる可能性が高いと考えられた。

今後、本手法を密着強度評価手法として確立していくためには、本研究の過程で明らかになった点等を踏まえ、以下のような事項についても検討する必要がある。まず、繰返し負荷によってはく離を発生させることから、界面の強度だけでなく膜硬さが結果に影響を及ぼすことがわかった。測定結果に及ぼす膜硬さの影響を小さくし、界面強度との相関を高めるには、試験に先立ち薄膜に欠陥（例えばピッカーズ圧子の押付けによるインデントーションクラックやはく離）を導入しておく、転がり疲労による本欠陥部からのはく離の発生寿命やはく離の成長速度を指標とすることが有効と考えられる。本研究では、繰返し負荷による自然欠陥の発生に着目したため、膜硬さが結果に反映されたと考えられるが、人工欠陥を導入しておくことにより、膜硬さの影響が低下し、界面強度がより強く結果に反映されるものと期待できる。また、試験に要する時間を大幅に短縮できる効果にも期待できる。

つぎに、幅広い硬さの基材への適用を可能とするために、転がり接触の形態の変更も検討すべき事項であると考えている。基材硬さの影響を小さくするためには基材の塑性変形を抑える必要があるが、そのためには、現状の玉軸受を利用した点接触から、ころ軸受を利用した線接触へと変更することが有効と考えられる。接触圧の低下により、はく離発生寿命の増加が予想されるが、先的人工欠陥の利用と組み合わせることで、この問題は解決されると考えられる。

以上のような事項を中心に引き続き研究を進め、密着強度評価の手法の確立と高度化を図りたい。

(2)国内外における位置づけとインパクト

本研究における成果は、密着強度評価のためにはく離を発生させる際の負荷を、これまでスクラッチ試験をはじめとする多くの方法が用いていた「静的」もしくは「準静的負荷」から、「動的負荷」すなわち「繰返し負荷」へと変更できる可能性を示した点である。密着強度の優れた薄膜を静的・準静的負荷によりはく離させるためには、荷重をより大きくすることが必要となり、それにとまって基材の塑性変形が大きくなる。これに対し繰返し負荷では、比較的小さな荷重でもその繰返しによってはく離を発生させることが可能であるため、塑性変形の発生を抑えることができる。その結果として、従来困難であった比較的柔らかい基材上に成膜された薄膜の密着強度評価、基板硬さの異なる被覆材における薄膜の密着強度の定量比較、非常に優れた密着強度を有する薄膜の密着強度評価などが可能になると考えられる。成膜技術や薄膜の高度化が進む中、本技術のインパクトは大きく、その意義は今後ますます大きくなっていくものと期待できる。

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 5 件)

中村有希, 田邊裕貴, 和泉遊以, 高松徹,
レーザー熱処理によるセラミックス被覆鋼
の転がり疲労はく離発生寿命の向上化に
関する研究, 日本機械学会 2015 年度年次
大会 DVD 論文集, 査読無, Vol.15-1, 2015,
G0300902

中村有希, 田邊裕貴, 和泉遊以, 高松徹,
セラミックス被覆鋼の転がり疲労はく離
発生寿命に及ぼす成膜後レーザー熱処理の
影響, 日本材料学会第 64 期学術講演会講
演論文集, 査読無, 2015, 67-68.

Hiroataka Tanabe, Yuki Nakamura, Yui Izumi,
Tohru Takamatsu, Rolling contact fatigue
strength of ceramic coated steel
laser-quenched after coating process,
Abstracts of 12th International Conference
on the Mechanical Behavior of Materials,
査読無, 2015, 145

Hiroataka Tanabe, Keiji Ogawa, Motoyuki
Nishizawa, Yui Izumi, Tohru Takamatsu,
Delamination initiation life and growth
behaviour of ceramic coated steels quenched
after coating process under rolling contact
loading condition, Maney Publishing,
Materials Research Innovations, 査読有,
Vol.18, 2014, pp.S57-S61,

Hiroataka Tanabe, Keiji Ogawa, Motoyuki
Nishizawa, Yui Izumi, Tohru Takamatsu,
Flaking Initiation Life under Rolling Contact
Fatigue of Ceramic Coated Steels Quenched
after Coating Process, Applied Mechanics
and Materials, 査読有, Vol.597, 2014, pp
157-160

[学会発表](計 6 件)

中村有希, 田邊裕貴, 和泉遊以, 高松徹,
レーザー熱処理によるセラミックス被覆鋼
の転がり疲労はく離発生寿命の向上化に
関する研究, 日本機械学会 2015 年度年次
大会, 2015 年 9 月 16 日, 北海道大学(北
海道・札幌市)

中村有希, 田邊裕貴, 和泉遊以, 高松徹,
セラミックス被覆鋼の転がり疲労はく離
発生寿命に及ぼす成膜後レーザー熱処理の
影響, 日本材料学会第 64 期学術講演会,
2015 年 5 月 23 日, 山形大学(山形県・
山形市).

Hiroataka Tanabe, Yuki Nakamura, Yui Izumi,
Tohru Takamatsu, Rolling contact fatigue
strength of ceramic coated steel
laser-quenched after coating process, 12th
International Conference on the Mechanical
Behavior of Materials, 2015 年 5 月 12 日, カ
ールスルーエ(ドイツ)

中村有希, 田邊裕貴, 和泉遊以, 高松徹,

レーザー熱処理したセラミックス被覆鋼の
転がり疲労はく離発生挙動, 日本機械学
会 2014 年度年次大会, 2014 年 9 月 10 日,
東京電機大学(東京都・足立区)

Hiroataka Tanabe, Keiji Ogawa, Motoyuki
Nishizawa, Yui Izumi, Tohru Takamatsu,
Flaking initiation life under rolling contact
fatigue of ceramic coated steels quenched
after coating process, The 3rd International
Conference on Advanced Materials Design
and Mechanics, 2014 年 5 月 24 日, シンガ
ポール

Hiroataka Tanabe, Strengthening of Ceramic
Coated Steel by Laser Quenching, The 3rd
International Conference on Advanced
Materials Design and Mechanics, 2014 年 5
月 24 日, シンガポール

[図書](計 0 件)

[産業財産権]

出願状況(計 0 件)

取得状況(計 0 件)

6. 研究組織

(1)研究代表者

田邊 裕貴(TANABE, Hiroataka)

滋賀県立大学・工学部機械システム工学
科・准教授

研究者番号: 00275174