

平成21年 5月 15日現在

研究種目：基盤研究(B)
研究期間：2006～2008
課題番号：18360076
研究課題名(和文) 皮膜強度の世界基準評価法を目指したマイクロスラリーエロージョン法の確立と装置開発
研究課題名(英文) Developments of a micro slurry-jet erosion (MSE) tester and method for globally standardized evaluation of surface strength of thin coatings
研究代表者 岩井 善郎(IWAI YOSHIRO) 福井大学・大学院工学研究科・教授 研究者番号：40115291

研究成果の概要：硬質薄膜の表面強度特性を超加速試験にて皮膜，基材と界面に分離して評価できるマイクロスラージェット（粒子径1 μm 程度のセラミックス粒子を含む水噴流）による薄膜評価法（MSE法）の確立を目指して，装置開発と試験評価法の両面から研究した。その結果，MSE 評価法は膜質だけでなく膜と基材との界面での性質を高感度・高信頼性で評価できること，また従来の国際的に知名度が高い薄膜評価法に対しても優位性を持つことが明らかになった。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2006年度	8,900,000	2,670,000	11,570,000
2007年度	4,000,000	1,200,000	5,200,000
2008年度	2,200,000	660,000	2,860,000
年度			
年度			
総計	15,100,000	4,530,000	19,630,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・設計工学，機械機能要素，トライボロジー

キーワード：トライボロジー，マイクロスラージェットエロージョン，MSE，硬質薄膜，DLC，表面時系列観察法，スクリーニング試験法，表面改質

1. 研究開始当初の背景

(1)現在，PVD・CVD 皮膜，DLC 膜等が日進月歩で開発され，機械要素や金型・工具などの寿命向上に大きな役割を果たしている。しかし，これらの皮膜の耐摩耗性や界面強度を簡便に高信頼性で評価できる満足な評価法は国内外に無く，学界・産業界から強い要望がある。

(2)皮膜の評価法として，Hutchings(ケンブリッジ大学)がマイクロアブレシブ摩耗によ

る評価法，及び Hogmark(ウプサラ大学)がグラインディング法を提唱している。いずれも知名度が高いが，計測法の信頼性だけでなく評価原理にすべり摩耗を利用しているため，皮膜と基材を分離して評価することが困難である点に問題がある。

(3)エアー中で固体粒子の投射による皮膜評価のアイディアは文献にあるが，大きな粒子しか使用できない事と投射の制御がうまく行かない事から，ネガティブな記述に留ま

っている。

(4) 皮膜評価法の特許は多数あるが、特許庁電子図書館(IPDN)で、皮膜、評価、試験法、スラリーのキーワードで検索すると数件のみである。それらもポンプなどの実機を特定した評価法である。

これらの背景から、薄膜評価の原理を再構築し、それを実現する評価装置および評価法をナノスケールの視点を取り入れて新たに開発することが必要である。

2. 研究の目的

PVD・CVD 皮膜、DLC 膜等の硬質薄膜の耐摩耗性や界面強度を簡便に高信頼性で評価できる満足な評価法は国内外に無く、学界・産業界から強い要望がある。

これまでに研究してきた粒子衝突摩耗を皮膜評価法に応用し、皮膜、基材と界面を明確に分離して皮膜特性を超加速試験にて評価できるマイクロスラリージェット（微小粒子を含む水噴流）による皮膜評価法（MSE法）を、装置（ハード）と試験評価法（ソフト）の両面から研究し確立することを目的とする。さらに、海外共同研究者と連携して、この評価法を日本発世界オンリーワンの世界基準の皮膜評価法に発展させることを目指す。

3. 研究の方法

試験評価法の原理は、微小なセラミックス粒子を水に混合させて高速で薄膜表面に投射し、発生する摩耗速度から表面特性が評価できるとの着想による。MSE 試験装置には循環式とポット式がある (Fig. 1)。ノズルユニットは、構造上 P_{air} と P_{slu} の比に対応してスラリーの投射速度や投射量の特性が変わる。両装置を比較すると、 P_{air} は同じであるが、 P_{slu} は循環式では小型遠心ポンプにより、ポット式では圧縮空気により発生させる方式を採用していて違いがある。両装置とも P_{slu} はノズルの構造上 P_{air} の 95% に設定した。

ノズルは、超硬合金製で出口断面形状は $3 \times 3 \text{ mm}^2$ の正方形である。投射粒子に制約はないが、主として不定形アルミナ粒子 WA#8000 (平均粒子径 $1.2 \mu\text{m}$) を用いた。硬さは、文献によると $HV = 1800 \sim 2000$ である。水は室温の純水を用いた。試験片はノズル端から 10 mm 離して固定し、ノズルに対する角度は 90° とした。スラリー濃度は $c = 1 \sim 3 \text{ mass\%}$ とした。投射粒子の挙動を高速カメラ

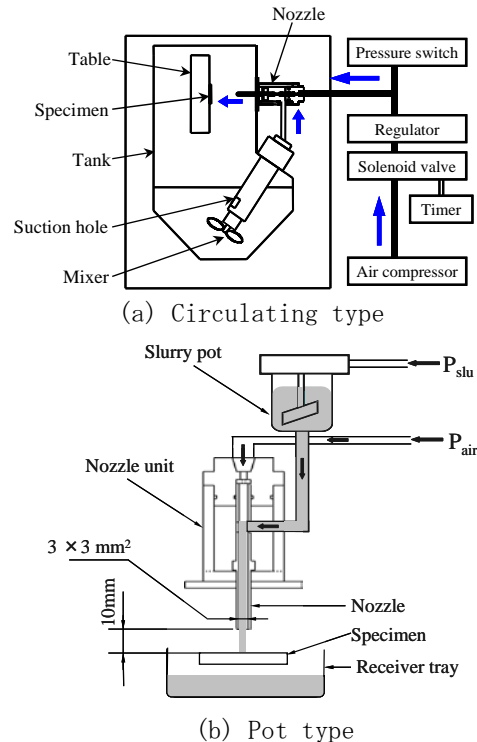


Fig. 1 Schematic view of the MSE tester

により観察した。

MSE 試験では、供試材料の表面にはノズル断面積と同じ大きさの正方形で、その端部を除いてほぼ均一な深さの摩耗痕が生じる。摩耗痕の断面形状を触針式粗さ計により測定し、試験前の表面からの最大摩耗深さを求め、摩耗量とした。

この装置の基本性能を検証し、評価対象の薄膜として TiN, TiC/TiN 等の二層膜、DLC 膜を用いて評価法の有用性について研究した。

4. 研究成果

皮膜、基材と界面を明確に分離して硬質皮膜特性を超加速試験にて評価できるマイクロスラリージェット (MSE) 評価法の確立を目指した実験研究を行い、以下の成果を得た。

(1) 評価装置の開発

① MSE 試験装置の性能を検証するため、MSE 装置のノズルから投射される微小固体粒子（アルミナ、ガラスビーズ）を含む水流を高速ビデオカメラにより観察し、粒子の噴出速度は 100 m/s 程度であること、また粒子は試験面にノズル形状と同じ形状の面積内にほぼ均一に衝突していることがわかった。

② 科研費補助金で購入した三次元表面形状

測定装置を用いて、摩耗面のナノスケールの表面形状を短時間に高精度で計測する手法を完成させた。

③ポット式 MSE 試験装置を用いて、国際標準の評価単位として用いられている投射固体粒子量あたりの摩耗速度を求めるための要因について実験して考察した。その結果、TiN 皮膜の摩耗速度は $5.6 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{g}$ となり、ASTM standard G76-02 のガスジェットによるエロージョン試験結果の約 1/100 であることがわかった。このことは、従来法に比べて約 100 倍の感度で硬質皮膜の表面強度を評価できることが示唆された。

④ポット式 MSE 試験装置をベースに、さらに効率的に試験ができる新規なダブルポット式 MSE 試験装置を設計・製作し、評価装置としての機能を有することを確認した。

以上の結果から、MSE 試験による硬質皮膜の評価法はスクリーニング試験法として非常に有用であることを確認した。

(2) 評価法の有用性

①PVD-TiN/TiCN と CVD-TiC/TN の各二層膜の MSE 試験を行い、摩耗進行過程および摩耗速度を SEM・AFM 観察、X 線回折、グロー放電発光分光分析、ナノインデンテーションによる表面計測・解析結果と比較し、摩耗進行曲線は皮膜のモルフォロジーと良い対応を示し、摩耗速度は皮膜の表面強度と相関があることがわかった。

② CVD法で成膜された二層の TiC/TiN 膜と単層の TiC 膜の MSE 試験を行い、TiC と TiN の各膜の摩耗強度を明確に区別して評価できるだけでなく、各膜や基材との界面での性質の違いをみいだせた。これらの結果は、GDOES 分析による界面での元素の移動に複雑な化合物の形成による硬さと脆化と良い相関がみられた。このことより、MSE 評価法が単層膜と同様に多層膜に対しても皮膜や界面の微妙な性質の違いを識別できることが確認された。(Fig. 2)

③現在注目度の高い DLC 膜について MSE 評価法を適用した。バイアス電圧を変化させて成膜したダイヤモンドライクカーボン (DLC) 膜について MSE 試験を行い、MSE 試験は DLC 膜と中間層および基材を明確に区分して摩耗率を評価できることがわかった。バイアス電圧を印加しない DLC 膜の摩耗率は非常に大きい、-50V の印加で急減する。-100V、-150

V と高くなると摩耗率は徐々に減少する。本研究で-100V や-150V で成膜した DLC 膜の耐摩耗性は TiN に比べ 1 オーダー以上高いことがわかった。また MSE 試験は、超微小硬さ試験では十分表せない DLC 膜の膜質の違いを評価していることが示唆された。(Fig. 3)

④原子間力顕微鏡 (AFM) を用いた試料の取外しを伴う時系列観察の手法を確立した。この手法を DLC 膜の MSE 試験に適用した結果、バイアス電圧を印加しないで成膜した軟らかい DLC 膜は、成膜過程で形成される粒子形状の境界部に投射粒子の衝突によるき裂が発生し境界に沿って進展することで摩耗粉が発生・脱落する。これに対して、バイアス電圧-150V で成膜した硬い DLC 膜は、摩耗粉の発生・脱落によるくぼみ形状が膜のち密さによって変化しないことが示唆された。

以上の結果から、MSE を用いた高感度な評価法は膜質だけでなく各膜や基材との界面での性質の評価に有用であること、また従来の国際的に使用頻度が高い薄膜評価法に対する優位性を持つことが明らかになった。

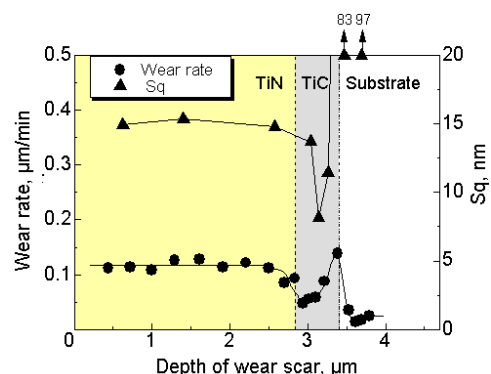


Fig. 2 Wear rate and Sq versus depth of wear scar of the TiC/TiN-coated specimen

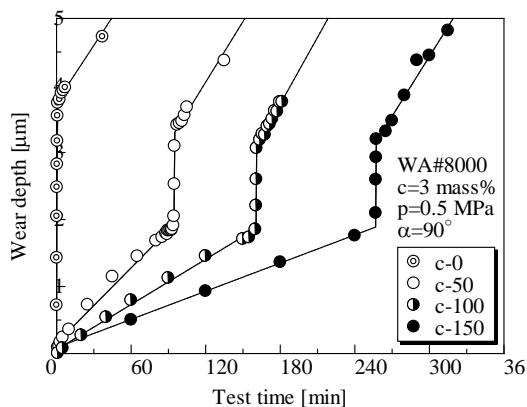


Fig. 3 Wear curves of DLC specimens

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 8 件)

- ① Y. Iwai, S. Hogmark (他3名, 1番目), Development of a new type micro slurry-jet erosion (MSE) tester for evaluation of wear properties of hard thin coatings, Tribotest, 掲載決定, 査読有
- ② Y. Iwai, T. Miyajima, T. Honda, S. Hogmark (他 2 名, 1 番目) Micro-Slurry-jet Erosion (MSE) testing of CVD TiC/TiN and TiC coatings, Wear, 掲載決定, 査読有
- ③ 水野 顕, 岩井善郎, 原子間力顕微鏡を用いた摩耗面の時系列観察法とDLC膜のエロージョンへの適用, トライボロジスト, 54, 4, 273-281, 2009, 査読有
- ④ 岩井善郎, 宮島敏郎, 本田知己 (他 4 名, 1 番目) マイクロスラリージェットエロージョン(MSE)試験によるDLC膜の摩耗特性評価, 日本機械学会論文集(C編), 75, 171-177, 2009, 査読有
- ⑤ 岩井善郎(他 4 名, 5 番目), (111)面に配向した窒化チタン複合表面改質膜の性能評価, トライボロジスト, 54, 209-216, 2009, 査読有
- ⑥ 岩井善郎(他3名, 4番目), 硬質薄膜の摩耗特性評価のためのマイクロスラリージェットエロージョン(MSE)試験法とその装置の開発, 日本機械学会論文集(C編), 74, 710-716, 2008, 査読有
- ⑦ Y. Iwai, T. Honda (他 4 名, 1 番目), Development of Three-dimensional Non-contact Surface Profilometer and Application to Evaluation of Impact Erosion of Metal Matrix Composites, Tribology Online, 3, 19-24, 2008, 査読有
- ⑧ Y. Iwai, T. Miyajima, T. Honda, S. Hogmark (他2名, 1番目), Evaluation of Erosive Wear Resistance of TiN Coatings by A Slurry Jet Impact Test, Wear, 261, 112-118, 2006, 査読有

[学会発表] (計 13 件)

- ① Y. Iwai, T. Matsubara, Y. Hirai, S. Hogmark, Development of a new type micro slurry-jet erosion (MSE) tester for evaluation of wear properties of hard thin coatings, 13th Nordic Symposium on Tribology (NORDTRIB2008), Finland, Tampere, (2008-6-13)
- ② Y. Iwai (他 4 名, 4 番目), Improvement in tribological properties of TiN duplex coating on hot work tool steel, 13th Nordic Symposium on Tribology (NORDTRIB2008), Finland, Tampere, (2008-6-12)
- ③ 岩井善郎, 本田知己, 宮島敏郎 (他4名, 2番目), 水野 顕, 丸山兼司, 伊藤弘高, マイクロスラリージェットエロージョン(MSE)試験によるDLC膜の評価(続報), 日本トライボロジー学会トライボロジー会議 2008 秋 名古屋, 名城大学, (2008-9-18)
- ④ 清水孝太郎, 岩井善郎, 本田知己, 宮島敏郎, 硬質皮膜の耐摩耗性評価, 日本トライボロジー学会トライボロジー会議2008 秋 名古屋, 名城大学, (2008-9-16)
- ⑤ 岩井善郎, 松原 亨, 平井雄一, 宮島敏郎, 硬質薄膜の摩耗特性評価のためのマイクロスラリージェットエロージョン(MSE)試験装置の特性(続報), 日本トライボロジー学会トライボロジー会議2008 秋 名古屋, 名城大学, (2008-9-18)
- ⑥ 水野 顕, 岩井善郎, 原子間力顕微鏡によるDLC膜の固体粒子衝突摩耗の解析, 日本機械学会第8回機素潤滑設計部門講演会, 倉敷アイビースクエア (2008-4-22)
- ⑦ 平井雄一, 松原 亨, 岩井善郎, 硬質薄膜の摩耗特性評価のためのマイクロスラリージェットエロージョン(MSE)試験装置の特性, 日本トライボロジー学会トライボロジー会議2007 秋 佐賀, 佐賀大学, (2007-9-28)
- ⑧ 水野 顕, 岩井善郎, 原子間力顕微鏡によるDLC膜の固体粒子衝突摩耗の時系列観察, 日本トライボロジー学会トライボロジー会議2007 秋 佐賀, 佐賀大学, (2007-9-26)
- ⑨ 本田知己, 岩井善郎 (他4名, 4番目), マイクロスラリージェットエロージョン(MSE)試験によるDLC皮膜の評価, 日本トライボロジー学会トライボロジー会議2007

秋 佐賀, 佐賀大学, (2007-9-26)

⑩ 本田知己, 岩井善郎 (他 4 名, 3 番目), 成膜条件(バイアス電圧)の異なるTiN皮膜のマイクロスラリージェットエロージョン(MSE)試験, 日本設計工学会 2007 年度春季研究発表講演会, 福井大学 (2007-6-30)

⑪ Y. Iwai, T. Itou, T. Honda, T. Matsubara, S. Hogmark, Micro slurry-jet erosion (MSE) tests of PVD TiN and TiN/TiCN coatings, Proceedings of The Third Asia International Conference on Tribology, 2, 549-550, Japan, Kanazawa (2006-10-18)

⑫ Y. Iwai, T. Honda (他 4 名, 2 番目), Development of three-dimensional non-contact surface profilometer and application to evaluation of impact erosion of metal composites, Proceedings of The Third Asia International Conference on Tribology, 1, 33-34, Japan, Kanazawa (2006-10-18)

⑬ 黒川貴規, 本田知己, 宮島敏郎, 岩井善郎, すべりおよび固体粒子衝突によるCr-N膜のアブレイブ摩耗特性, トライボロジー会議 2006 春 東京(2006-5-17)

[産業財産権]

○出願状況 (計 1 件)

名称: 皮膜評価法

発明者: 岩井善郎 他

権利者: 福井大学, マコー (株)

種類: 特願 2009

番号: 86083 号

出願年月日: 2009 年 3 月 31 日

国内外の別: 国内

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

①日刊工業新聞 5 面「トライボコーティング～製品の環境負荷低減などに貢献」(2009 年 4 月 6 日)

②福井新聞 13 面「ようこそ研究室へ 最前線チェック ～トライボロジー 皮膜強度、独自に評価」(2007 年 5 月 14 日)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

岩井 善郎(IWAI YOSHIRO)

福井大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号: 40115291

(2) 研究分担者

本田 知己(HONDA TOMOMI)

福井大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号: 80251982

宮島 敏郎(MIYAJIMA TOSHIRO)

福井大学・大学院工学研究科・助教

研究者番号: 60397239

(3) 海外研究協力者

Sture Hogmark

Uppsala University (Sweden), Professor