

平成 21 年 6 月 12 日現在

研究種目：若手研究 (B)  
 研究期間：2007～2008  
 課題番号：19760073  
 研究課題名（和文） 成膜後基板焼入れ処理した窒化チタン被覆鋼の疲労強度と  
 トライボロジー特性  
 研究課題名（英文） Fatigue Strength and Tribological Properties of TiN Coated Steel  
 Quenched after TiN Coating  
 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

研究成果の概要： TiN 被覆鋼の高機能化手法としての成膜後基板焼入れ処理の有効性や実用性を示すことを目的として、TiN 被覆鋼の摩擦摩耗特性と転がり疲労強度に及ぼす成膜後基板焼入れ処理の影響を調べた。その結果、成膜後基板焼入れ処理により、TiN 薄膜の耐摩耗性が大幅に改善されること、比較的低い応力レベルにおいて成膜後基板焼入れ処理による転がり疲労寿命の改善効果が得られる可能性のあることなどが明らかとなり、本処理の摺動部品や軸受への実用化の可能性が示された。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2007 年度	2,200,000	0	2,200,000
2008 年度	500,000	150,000	650,000
年度			
年度			
年度			
総計	2,700,000	150,000	2,850,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学，機械材料・材料力学

キーワード：表面改質，薄膜，熱処理，破壊，疲労，摩耗

## 1. 研究開始当初の背景

研究代表者らは、セラミックス被覆鋼のさらなる高機能化を図るための手法として、従来の熱処理と成膜の順序を根本的に見直した「成膜後基板焼入れ処理」を提案し、TiN 被覆鋼の各種機械的特性に及ぼす成膜後基板焼入れ処理の影響を調べた。本処理では、成膜後に焼入れ焼戻し処理を行うため、成膜温度と焼戻し温度の大小関係に関わらず、高い基板硬さを得ることができ、基板鋼種や成膜条件の選択の自由度を大幅に拡げることが可能であるだけでなく、焼入れ時の加熱過程において薄膜－基板間の界面に拡散層が

形成され、非常に高い密着強度が得られることが明らかになった。焼入れ時の加熱により、TiN 薄膜の硬さが若干低下するといったデメリットもあるが、適切な加熱時間を選択すれば、硬さの低下を抑えつつ先述のメリットを実現できることもわかった。

本研究課題では、以上のような優れた成膜後基板焼入れ処理の効果に着目し、その有効性や実用性に関する検討を行うことにした。

## 2. 研究の目的

本研究課題は、研究代表者らが提案した「成膜後基板焼入れ処理」の TiN 被覆鋼の高

機能化手法としての有効性や実用性を示すことを全体構想とする研究の一端を担うものである。これまでに、成膜後基板焼入れ処理した TiN 被覆鋼の硬さ、残留応力、密着強度などの基礎的な強度特性に関する検討を終了した。本研究課題では、TiN 被覆鋼の転がり疲労寿命や耐摩耗性に及ぼす成膜後基板焼入れ処理の影響について検討し、より実用的な観点から、本処理の有効性や実用性を示すことを目的とした。

### 3. 研究の方法

TiN 被覆鋼の耐摩耗性ならびに転がり疲労強度に及ぼす成膜後基板焼入れ処理の影響を調べ、より実用的な観点から、成膜後基板焼入れ処理の有効性について検討した。以下では、(1)摩耗試験、(2)転がり疲労試験に分けて、それぞれの方法について説明する。

#### (1)摩耗試験

##### ①試験片

基板供試材には、炭素工具鋼 SK3 を用いた。SK3 鋼は、150°C~200°C程度の比較的低温で焼戻し処理を行う材料であり、従来の基板焼入れ後に成膜する方法では成膜時に基板の軟化が生じやすいため成膜には不向きな材料である。この供試材を、40mm×18mm×5mmの平板形状に機械加工し、表面を研磨仕上げしたものを基板として使用した。

このような基板に対して PVD (スパッタリング、アーキオンプレーティング) により TiN 薄膜を成膜した後に熱処理を施したものを試験片として用いた。膜厚は2.5 $\mu$ mとした。成膜後の熱処理は、雰囲気炉 (TLG-40, 株式会社サーマル) を用いて、窒素ガス雰囲気中で行った。

##### ②摩耗試験

TiN 薄膜の摩擦摩耗特性は、ボールオンディスク式摩耗試験により評価した。試験は、摩耗試験機 FPR-2000 (株式会社レスカ製) を用いて大気中無潤滑下で実施した。摩耗量は、表面あらさ計により測定した摩耗痕形状から算出し、比摩耗量として整理した。摩擦係数は、ロードセルにより試験時の摩擦力を測定し、これを垂直荷重で除して求めた。

##### (2)転がり疲労試験

##### ①試験片

基板供試材には、摩耗試験と同様、炭素工具鋼 SK3 を用いた。基板の形状は、直径 60mm、板厚 5mm の円板形状とした。基板表面はラップ仕上げとした。基板表面の算術平均あらさ Ra は 0.025 $\mu$ m 以下であった。TiN 薄膜は、アーキオンプレーティングにより成膜した。成膜温度は約 400°Cであった。膜厚は 2.5 $\mu$ m とした。

##### ②熱処理

TiN 被覆鋼に対して成膜後基板焼入れ処理を行った。焼入れ処理では、試験片を加熱温度 860°Cで 20 分間保持した後に油冷した。冷媒には、熱処理油 (ユニクエンチ CQV20S, 新日本石油株式会社) を用いた。その後、200°Cで 180 分間の焼戻し処理を行った。以下では、本条件で作製した試験片を CQ 材とする。なお、比較のために、CQ 材と同条件で焼入れ焼戻し処理を施した後に TiN 成膜を行った試験片 (QC 材とする)、および未被覆材に CQ 材と同条件で焼入れ焼戻し処理を施した試験片 (Q 材とする) も併せて用意した。これらの各試験片に対する加熱処理は、いずれも雰囲気炉 (TLG-40, 株式会社サーマル) を用いて、窒素雰囲気中で行った。

##### ③転がり疲労試験

球-平板接触式のスラスト型転がり疲労試験により転がり疲労寿命を評価した。試験には、本研究費で購入した転がり疲労試験機 (鹿島化学金属株式会社製、YK-TE001-T) を用いた。転動体には半径 3/8 インチ (約 4.763mm) の SUJ2 球を使用した。軸回転速度は 1800rpm とした。試験は、潤滑油 (MIL-PRF-23699, 昭和シェル石油株式会社) で満たしたオイルバス中で行った。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 (VH-8000, 株式会社キーエンス) による観察を行った。はく離が観察された場合は、その時の繰返し数をはく離発生寿命とし、はく離が観察されなかった場合には試験を継続した。

### 4. 研究成果

#### (1)摩耗試験

まず、成膜後基板焼入れ処理を施した試験片と、基板焼入れ後に成膜した試験片の 2 種類の試験片に対して、ボールオンディスク式摩耗試験を実施した。焼入れは、両試験片とも同条件で行い、加熱温度 860°Cで 20 分間保持した後に油冷した。摩耗試験の結果、成膜後基板焼入れ処理により TiN 薄膜の耐摩耗性が向上することが明らかになった。また、成膜後基板焼入れ処理により、TiN 薄膜の摩擦係数が大幅に低下することもわかった。また、これらの効果は、主に成膜後基板焼入れ処理の加熱過程で発現することもわかった。そこで、さらなる耐摩耗性向上の可能性を探るために、加熱温度を 460°C~1060°Cで変化させ、TiN 被覆鋼の摩擦摩耗特性に及ぼす成膜後加熱の影響を調べた。加熱時間は 20 分で一定とした。比較のために、未加熱の TiN 被覆鋼についても試験を実施した。なお、後に示す図 1~図 4 のグラフでは、未加熱試験片の加熱温度は室温の 20°Cとして整理した。

まず、図 1 はボールオンディスク式摩耗試

験により評価した TiN 薄膜の比摩耗量と加熱温度の関係を示した図である。TiN 薄膜の比摩耗量は加熱処理によって低下し、960°C 程度までは加熱温度の上昇に対してほぼ単調に低下したが、1060°C では 960°C に比べて増加した。

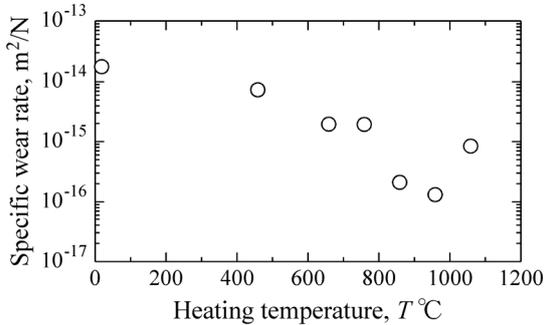


図1 比摩耗量と加熱温度の関係

次に、図2に TiN 薄膜の硬さと加熱温度の関係を示す。TiN 薄膜の硬さは超微小硬度計を用いて測定した。TiN 薄膜の硬さは、TiN の耐酸化温度の 600°C 程度まではほぼ一定であったが、それ以上の温度では低下傾向を示し、1060°C では 960°C に比べ大幅に低下した。一般に、硬さと比摩耗量の間には負の相関が認められるが、本研究で得られた図1と図2の結果では、硬さと比摩耗量の間に関連は認められなかった。すなわち、図1の比摩耗量の変化の主たる要因は、加熱による硬さの変化ではないと考えられた。

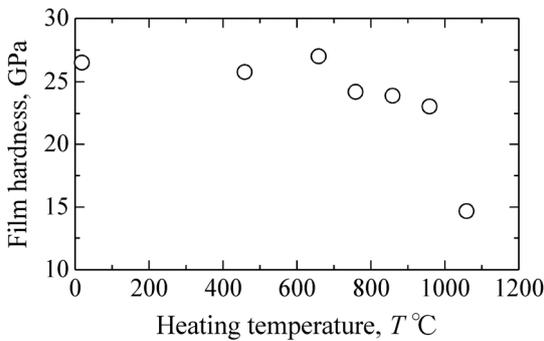


図2 膜硬さと加熱温度の関係

図3は、TiN 薄膜の摩擦係数と加熱温度の関係を表している。摩擦係数は、加熱温度の上昇に伴い低下したが、1060°C では 960°C に比べて若干増加した。この変化傾向は、定性的には、加熱温度に対する比摩耗量の変化と対応しており、比摩耗量の低下の要因として摩擦係数の低下が挙げられた。なお、摩擦係数が低下するメカニズムについては十分検討できていないが、薄膜表面に形成される酸化膜が関与している可能性がある。

図4はスクラッチ試験により評価した密着

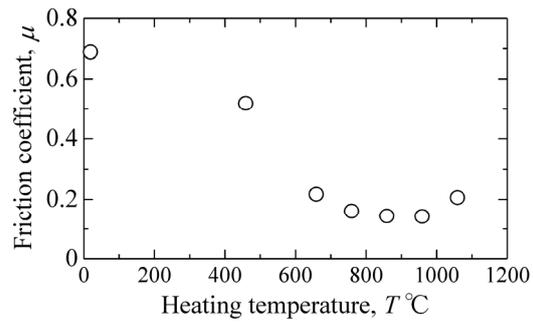


図3 摩擦係数と加熱温度の関係

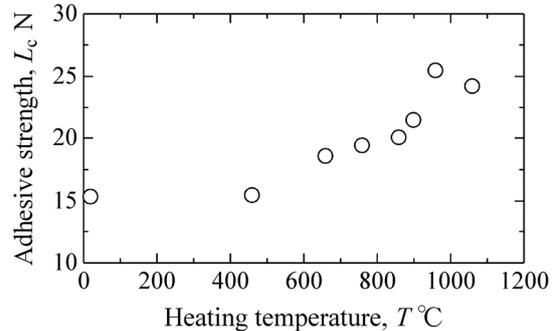


図4 密着強度と加熱温度の関係

強度と加熱温度の関係である。加熱による密着強度の改善効果は、460°C では認められず、660°C で確認できた。その後 960°C までは、加熱温度に対する密着強度の増加が確認されたが、1160°C では 960°C に比べ低下した。摺動部品や転がり軸受などに対してセラミックス薄膜を被覆した場合、密着強度の低さに起因して発生する薄膜のはく離により、薄膜の優れた機能を十分に発揮することなく寿命に至る場合も多いが、成膜後に適切な温度で加熱処理を実施することによって、薄膜の優れた機能を長期にわたって維持できると考えられる。

以上の結果より、TiN 薄膜の比摩耗量、摩擦係数、密着強度は、いずれも加熱温度が 960°C 程度で最も優れた特性を示すことがわかった。また、TiN 薄膜の硬さは、加熱により低下するが、その低下量は 960°C 程度までは比較的小さい。これらのことを考慮すると、摺動特性に優れた TiN 薄膜を得るための適切な加熱温度は、960°C 程度であると考えられた。すなわち、基板鋼種を任意に選べる場合には、焼入れ温度が 960°C 程度の鋼種を選択し、成膜後基板焼入れ処理を行うことにより、摺動特性に優れた TiN 被覆部品を作製できるものと考えられた。

## (2) 転がり疲労試験

まず、転がり疲労試験に先立ち、CQ 材、QC 材、Q 材の基板硬さ、および CQ 材、QC 材の膜硬さ、密着強度、比摩耗量を調べた。Table 1 は、その結果を表している。

表 1 各試験片の機械的特性

	CQ	QC	Q
Substrate hardness, HV	800	580	800
Film hardness, GPa	25	30	—
Adhesive strength, N	64	34	—
Specific wear rate, m <sup>3</sup> /N	8.72×10 <sup>-16</sup>	1.89×10 <sup>-14</sup>	—

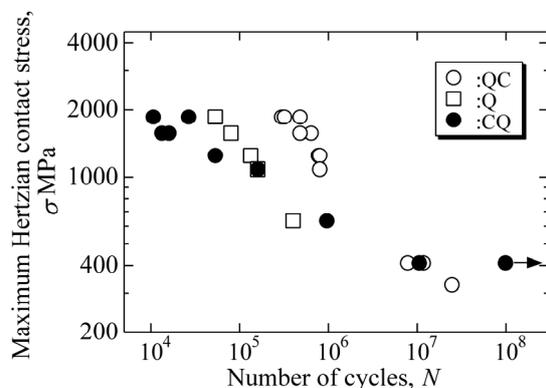


図 5 転がり疲労寿命

次に、各試験片に対して転がり疲労試験を実施し、それぞれのはく離発生寿命を調べた。図 5 は、その結果を表している。なお、図 5 の縦軸には、TiN 薄膜がないものと仮定して接触荷重から算出したヘルツの最大接触応力を、対数目盛を用いて表した。ヘルツの最大接触応力を算出する際には、基板ならびに球のヤング率とポアソン比は、それぞれ 210GPa, 0.3 とした。

まず、熱処理した鋼基板に成膜処理を施して作製した QC 材と未被覆の熱処理材である Q 材とで比較すると、QC 材の方が長寿命となっており、TiN コーティングによる効果が認められた。しかし、比較的接触応力の大きな条件下では、QC 材、Q 材に比較して、成膜後に熱処理を施した CQ 材が短寿命となっていた。すなわち、転がり疲労によるはく離発生寿命の改善に成膜後基板焼入れ処理が必ずしも有効では無いことがわかった。ただし、比較的接触応力が小さな条件下では、データ数は少ないものの CQ 材のはく離発生寿命が他に比べて長寿命となる傾向が認められた。今後、低応力下でのデータを増加させ、さらに検討を進める必要があるが、応力の比較的小さな条件下では成膜後基板焼入れ処理により寿命を改善できる可能性が示唆された。そのメカニズムも含め、今後さらに検討を進めたい。

### (3)まとめ

本研究課題では、摺動部品や転がり軸受を成膜後基板焼入れ処理の具体的な実用化の対象として想定し、より実用的な観点から、成膜後基板焼入れ処理の有効性を検討した。

まず、摩耗試験結果より、成膜後基板焼入れ処理により、簡便かつ効果的に TiN 薄膜の耐摩耗性を向上させることが可能であることが明らかとなった。また、加熱温度と TiN 被覆鋼の各種特性との関係を調べ、摺動特性に優れた TiN 薄膜を得るための適切な加熱条件、および基板鋼種の選択に関する指針について検討した。

転がり疲労試験では、未被覆試験片や、基板焼入れ後に成膜処理を施した試験片に比べ、成膜後基板焼入れ処理した試験片の転がり疲労によるはく離発生寿命が大幅に低下する場合があります。軸受の寿命改善に成膜後基板焼入れ処理が必ずしも有効では無いことがわかった。ただし、比較的接触応力が小さな条件下では、はく離発生寿命が向上する傾向も認められた。使用条件に制約を設ける必要はあるが、転がり軸受の簡便な寿命改善法としての実用化に期待できる。

以上のように、今後さらに検討すべき課題は残されているものの、本研究課題により、成膜後基板焼入れ処理の摺動部品や軸受への実用化の可能性が示された。今後、試作品等を作製し、実証試験を進めたい。

### 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)

[学会発表] (計 5 件)

① 田邊裕貴, 高松徹, 濱田哲郎, TiN 被覆鋼の転がり疲労特性に及ぼす成膜後熱処理の影響, 日本材料学会第 58 期通常総会学術講演会, 2009 年 5 月 23 日, 愛媛大学 (愛媛県松山市)

② 田邊裕貴, 高松徹, 濱田哲郎, TiN 薄膜の転がり疲労はく離発生寿命に及ぼす熱処理の影響, 日本機械学会関西支部第 84 期定時総会講演会, 2009 年 3 月 17 日, 近畿大学 (大阪府東大阪市)

③ 田邊裕貴, 高松徹, 濱田哲郎, セラミックス被覆鋼の機械的特性に及ぼす熱処理の影響, 日本機械学会関西支部第 84 期定時総会講演会, 2009 年 3 月 16 日, 近畿大学 (大阪府東大阪市)

④ 田邊裕貴, 高松徹, 前川裕美, 濱田哲郎, TiN 薄膜の耐摩耗性に及ぼす熱処理の影響, 日本機械学会 M&M2008 材料力学カンファレンス, 2008 年 9 月 16 日, 立命館大学 (滋賀県草津市)

⑤ 田邊裕貴, 高松徹, 三好良夫, 前川裕美, TiN 薄膜の摩擦摩耗特性に及ぼす成膜後加熱処理の影響, 日本機械学会関西支部第 83 期

定時総会講演会，2008年3月14日，大阪大学（大阪府豊中市）

〔産業財産権〕

○出願状況（計1件）

名称：セラミックス被覆鋼の製造方法，

発明者：田邊裕貴

権利者：同上

種類：特許権

番号：特願2009-123944

出願年月日：平成21年5月22日

国内外の別：国内

## 6. 研究組織

### (1) 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

### (2) 研究分担者

### (3) 連携研究者