

令和 4 年 6 月 4 日現在

機関番号：23201

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2019～2021

課題番号：19K04151

研究課題名(和文) 微粒子エロージョン法による硬質薄膜の耐チップング・耐疲労性の加速評価試験法の開発

研究課題名(英文) Development of accelerated evaluation test method for chipping resistance and fatigue resistance of hard thin coatings by fine particle erosion method

研究代表者

宮島 敏郎 (Miyajima, Toshiro)

富山県立大学・工学部・准教授

研究者番号：60397239

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,400,000円

研究成果の概要(和文)：平均粒径 $3\mu\text{m}$ および $100\mu\text{m}$ の球形投射粒子と水を合わせたスラリーを圧縮空気で高速に投射する微粒子エロージョン法によって、繰り返し衝撃・応力付与を与えることで、先端硬質薄膜材料の新しい耐チップング・耐疲労性の加速評価試験法を開発した。特に、耐チップング性評価法の確立、耐疲労性評価法の確立、投射状態の可視化および投射粒子挙動と投射粒子速度の解明を統括し、微粒子エロージョン法による繰り返し衝撃・応力付与機構を用いた、先端硬質薄膜の耐チップング・耐疲労性の加速評価試験法を完成させた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究で得られた結果は、金型に使用される硬質薄膜の新しい知見を提示する事ができた。また、国内外において、投射粒子径を大きくして評価する手法を提案している事例が無く、先進的な評価手法であると言える。また、粒子・液体・気体の混合での投射状態挙動の可視化を試みられた事例が少ないため、今後の研究開発に役立つことが期待できる。

研究成果の概要(英文)：New method of chipping resistance and fatigue resistance of hard thin coatings were developed by repeatedly impacting stress by the fine particle erosion method that projects a slurry of 3 or $100\mu\text{m}$ spherical projection particles and water at high speed with compressed air. We have developed the evaluation test method, (1) establishment of chipping resistance evaluation method, (2) establishment of fatigue resistance evaluation method, (3) visualization of projection state and elucidation of projection particle behavior and projection particle velocity. We have completed the accelerated evaluation test method for chipping resistance and fatigue resistance of the hard thin coating.

研究分野：トライボロジー

キーワード：コーティング 表面強さ エロージョン チップング 疲労 複合膜 可視化 遊離砥粒

様式 C-19、F-19-1、Z-19（共通）

1. 研究開始当初の背景

近年、自動車製造などのプレス加工などにおいて、使用材料の高強度化に伴い、加工用金型等には高負荷な衝撃荷重が加わる状況になっている。そこで、このような過酷な状況でも高強度化・長寿命である金型にするため、先端硬質薄膜と基材の両方の特性を生かした複合的な材料開発がなされている。

一方、このように開発された材料を評価する機械的特性評価法には、ナノインデンテーション試験、スクラッチ試験、摩擦・摩耗試験、アプレシブ試験などしかなく、プレス加工のように、瞬間的に大きな繰り返し荷重（動的荷重）が負荷される場合を模擬できる試験法や、異物混入時に生じやすいチッピング性や、長期使用で生じる疲労性を加速的に評価できる試験法がない。

そのため、近年、開発が盛んである多層化や多元素化された複雑な硬質薄膜を評価するためには、様々な評価法を組み合わせる寿命を予測するか、実機を用いた高コスト・長時間の試作試験を実施しなければならない問題がある。

また、多層化、多元素化されている先端硬質薄膜のトライボロジー視点からの、材料強さとは何か？多層膜の界面強さとは何か？長寿命化・高信頼性のための材料強さとは何か？を明確にしなければ、さらなる新しい材料開発や硬質薄膜材料設計指針の提示ができない。この様々な“強さ”を評価する新しい学術的評価手法の開発が迫られている。

2. 研究の目的

数十 μm の球形投射粒子と水を合わせたスラリーを圧縮空気で高速に投射する微粒子エロージョン法によって、繰り返し衝撃・応力付与を与えることで、先端硬質薄膜材料の新しい耐チッピング・耐疲労性の加速評価試験法を開発する。

本研究では、これまでの研究における成果と問題点から、下記の3つの点を研究した。

- ①耐チッピング性評価法の確立
- ②耐疲労性評価法の確立
- ③投射状態の可視化および投射粒子挙動と投射粒子速度の解明

以上を統括し、微粒子エロージョン法による繰り返し衝撃・応力付与機構を用いた、先端硬質薄膜の耐チッピング・耐疲労性の加速評価試験法を完成させた。

3. 研究の方法

(1) 耐チッピング性評価

試験には、SBE-TS401（ノズル断面形状 $2 \times 2 \text{ mm}$ 、投射距離 10 mm ）を使用した。投射粒子には、平均粒子径 $3 \mu\text{m}$ の球形アルミナ粒子を用いた。スラリー濃度は 3 mass\% とし、スラリー流量は 200 mL/min 、ノズルエア流量は 30 L/min になるように試験機のパラメータを調整後、試験を実施した。試験片には 2 g ずつ粒子を投射し、投射ごとにエロージョン痕をマイクロSCOPEで撮影し、微細形状測定器で断面形状を測定した。その断面形状曲線からエロージョン深さを求めた。本試験では、投射粒子による微小な耐チッピング性や、繰り返し衝撃力の影響を含んだ膜単体の強さの評価を行った。

(2) 耐疲労性評価

試験には、本研究室独自仕様の大粒子投射型微粒子エロージョン試験機（ノズル断面形状 $3 \times 3 \text{ mm}$ 、投射距離 10 mm ）を用いた。投射粒子には、直径約 $100 \mu\text{m}$ の球形アルミナ粒子を用いた。ただし、 $\text{Cr}_2\text{N}+\text{CrN}+\text{WC}$ 膜の評価では、粒径の大きさに幅があったため、ふるい振とう機にかけ $106 \sim 125 \mu\text{m}$ までの大きさの粒子としたものを用いた。また、 $\text{CrN}+\text{WC}$ 膜の評価では、平均粒子径 $100 \mu\text{m}$ の市販品を用いた。スラリー濃度は 3 mass\% とし、スラリー流量は 700 mL/min 、ノズルエア流量が 40 L/min となるように試験機のパラメータを調整後、試験を行った。本試験では、投射粒子の繰り返し衝撃による硬質薄膜の耐疲労性の評価を行った。

(3) 投射状態の可視化および投射粒子挙動と投射粒子速度の解明

スラリーを投射するための試験機には、(2)で使用した試験機を用いた。スラリー流量を 700 mL/min に固定し、試験ごとにエア流量調節を行い試験した。

本実験での可視化方法の概要を次に示す。高速度ビデオカメラには nac MEMRECAM ACS-1 を使用し、拡大撮影系を取り付け撮影した。光源には CAVILUX HF を用いた。光源とカメラの間には、光源からの光を拡散するために拡散板を設置した。拡散板とカメラの間にスラリーを水平に投射し、透過光撮影を行った。

撮影条件は、撮影速度 50000 fps 、記録画素数 $1280 \times 640 \text{ pixel}$ 、露光時間 $19.4 \mu\text{sec}$ である。粒子の速度を計測するためには、2枚の画像間における粒子の影の移動量を少なくする必要がある。しかし、エア流量から空気の流速を概算すると、エア流量 90 L/min では 170 m/s 程度で、移動量が非常に大きくなる。そこで、シャッター信号と発光信号を制御した。光源のパルス幅は 80 nsec であり、 $1.3 \mu\text{sec}$ のインターバルでダブルパルス発光させた。シャッター信号

と発光信号を同期させ、光源の発光インターバル $1.3 \mu\text{sec}$ の 2 枚の画像セットを撮影速度の $1/2$ 周期で撮影した。また、投射粒子を観察するには液膜の存在が大きな障害になることがわかったため、液膜を阻害するよう 1 mm 幅のスリットをノズル端から約 5 mm 先に設置した。

投射粒子には、平均粒子径 $50 \mu\text{m}$ の球形アルミナ粒子、平均粒子径 $100 \mu\text{m}$ の球形アルミナ粒子、平均粒子径 $100 \mu\text{m}$ の球形ジルコニア粒子を用い、スラリー濃度を 6 mass\% とした。エア流量を $50, 70, 90 \text{ L/min}$ に設定し試験を行った。

得られた画像をもとに、PTV 法を用いて投射粒子速度の計測を行った。計測範囲は、横幅をノズル端から横方向 $9 \sim 11 \text{ mm}$ の 2 mm 幅、縦幅をノズル投射部から水平方向の 3 mm 幅とした。計測対象は、明確に投射粒子と判断ができる影と、液滴と投射粒子の判断が難しい影の場合には、画像外まで追跡し、影の形や見え方から投射粒子として判断した影を対象とした。この際、スリットが与える粒子速度の影響は考慮しないこととした。

4. 研究成果

(1) 研究の主な成果

① 耐チッピング性評価法の確立

エロージョン深さと投射粒子量との関係を図 1 に示す。CrN+WC 膜では、投射粒子量 $2 \sim 68 \text{ g}$ までのエロージョン深さが二層目 (CrN) に至るまでの間、ほぼ直線的にエロージョンが進行した。一方、 $\text{Cr}_2\text{N}+\text{CrN}+\text{WC}$ 膜では、投射粒子量 $2 \sim 6 \text{ g}$ までの一層目 (WC) 表層部分で、エロージョンが大きく進行し、その後、 $8 \sim 90 \text{ g}$ になると、CrN+WC 膜の一層目 (WC) とほぼ同じ傾きでエロージョンが進行した。これらの結果から、CrN+WC 膜の一層目 (WC) は、表層から二層目 (CrN) の界面に至るまで一様な強さであるのに対し、 $\text{Cr}_2\text{N}+\text{CrN}+\text{WC}$ 膜は、一層目の表層において脆弱な層が形成されていると考えられる。

次に、 $\text{Cr}_2\text{N}+\text{CrN}+\text{WC}$ 膜の表層から約 $0.5 \mu\text{m}$ よりも深い WC 膜部分について、エロージョン進行曲線の傾きを最小二乗法で算出してエロージョン率とし、CrN+WC 膜の一層目 (WC) と比較した。CrN+WC 膜の WC 部分 (投射粒子量 $2 \sim 68 \text{ g}$) は $0.01 \mu\text{m/g}$ 、 $\text{Cr}_2\text{N}+\text{CrN}+\text{WC}$ 膜の WC 部分 (表層の脆弱部分を除いた投射粒子量 $8 \sim 90 \text{ g}$) は $0.01 \mu\text{m/g}$ となった。このことから、両方の試験片において、WC 膜部は脆弱部分を除き、同様な強さであると言える。

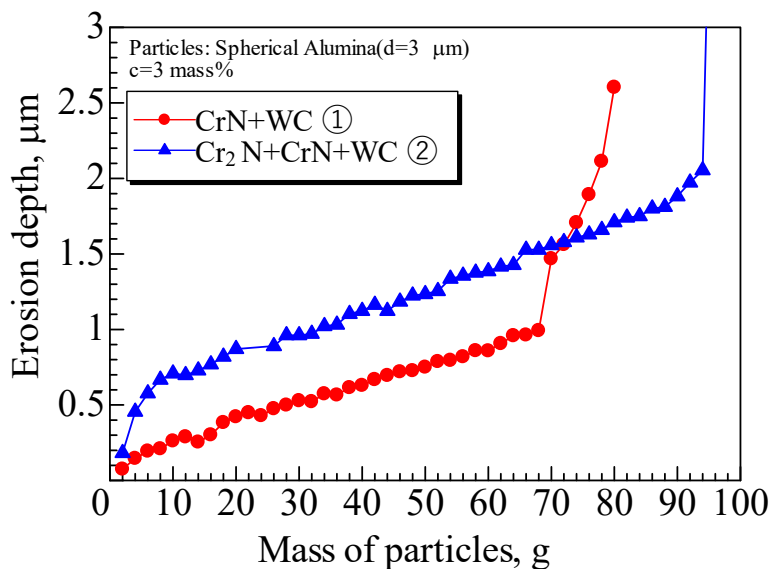


図 1 投射粒子量とエロージョン深さの関係 (投射粒子: アルミナ $3 \mu\text{m}$)

② 耐疲労性評価法の確立

各試験片の MSE 試験前 (投射粒子量 0 g と表記)、投射粒子量 1 g 、 2 g のエロージョン痕の顕微鏡観察画像を図 2 に示す。CrN+WC 膜では、投射粒子量 1 g 時、投射痕中央から広い範囲で多数の小さな損傷が見られた。投射粒子量 2 g になると、投射粒子量 1 g に見られた多数の損傷から損傷が面方向に広がり、損傷同士が繋がることで大きな損傷を形成していた。一方、 $\text{Cr}_2\text{N}+\text{CrN}+\text{WC}$ 膜では、投射粒子量 1 g 時、投射痕の中央近傍で基材の露出を伴う損傷が CrN+WC 膜と比べ少なかった。投射粒子量 2 g になると、CrN+WC 膜の損傷よりも面方向に大きく広がる損傷が見られた。

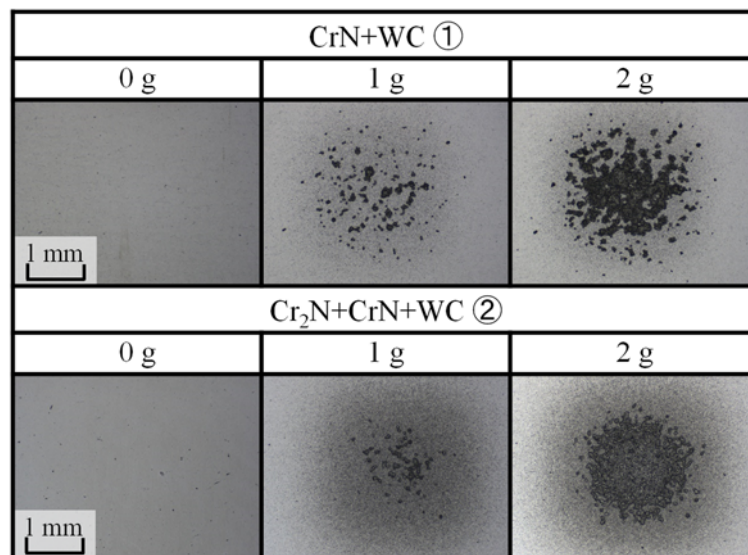


図 2 マイクロスコープによるエロージョン面写真（投射粒子：アルミナ 100 μm）

③ 投射状態の可視化および投射粒子挙動と投射粒子速度の解明

投射粒子に球形ジルコニア粒子を用いた時の投射状態の撮影画像の一部を図 3 に示す。スリットを用いることで、多くの液膜を除去することができ、その結果、ノズル中心のスラリーの流れが観察できた。スラリーの流れの中から投射粒子を観察するために画像を拡大すると、エア流量 50 L/min のように、液滴の微粒化が進んでおらず大きな液滴の多い箇所では投射粒子の区別が難しい。一方、エア流量 70, 90 L/min のように、液滴の微粒化が進み微小な液滴が多くを占める箇所では粒子の区別がしやすく、投射粒子を明確に観察することができた。赤丸で粒子を示す。

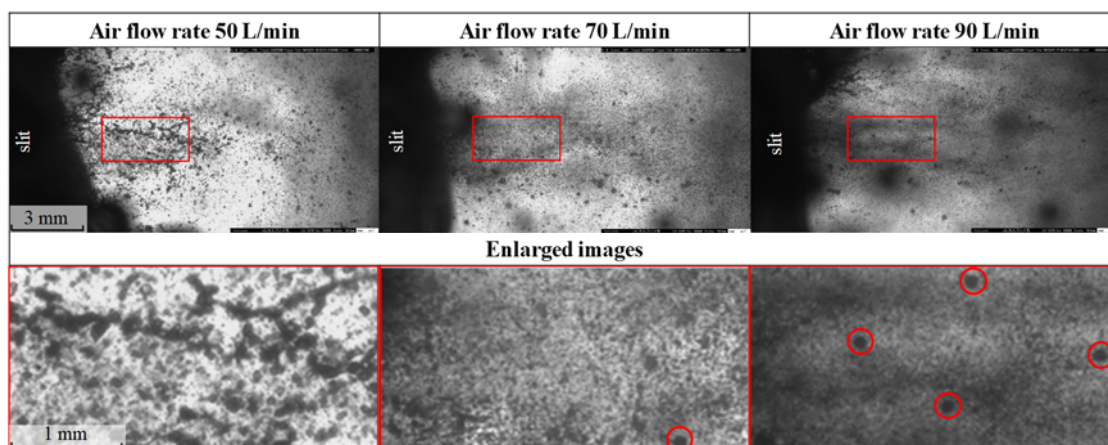


図 3 スラリーの投射状態画像（投射粒子 ジルコニア 100 μm）

投射粒子の速度計測結果を図 4 に示す。エラーバーは投射粒子速度のデータ区間を示している。いずれの粒子においても、エア流量の増加に伴い粒子速度は速くなった。一方で、投射粒子の質量増加に伴い粒子速度は遅くなった。このことから、投射粒子の質量によって投射粒子の加速度合いに違いが生じると考えられる。

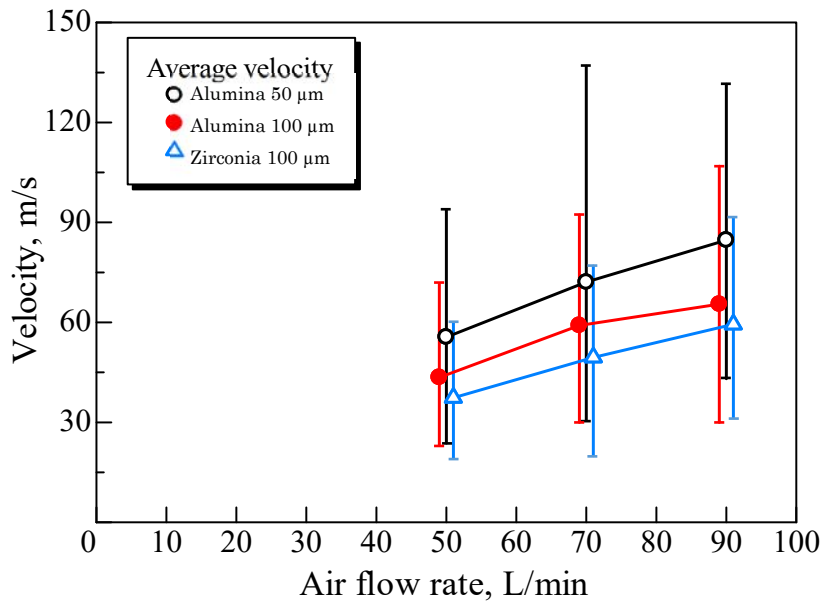


図4 各投射粒子でのエアークロウと粒子速度の関係

(2) 得られた成果の国内外における位置づけとインパクト

本研究で得られた結果は、金型に使用される硬質薄膜の新しい知見を提示する事ができた。また、国内外において、投射粒子径を大きくして評価する手法を提案している事例が無く、先進的な評価手法であると言える。また、粒子・液体・気体の混合での投射状態挙動の可視化を試みられた事例が少なく、インパクトある成果だと言える。

(3) 今後の展望

本評価法を硬質薄膜だけでなく、様々な材料評価方法に応用することを今後の課題とする。特に、近年多くの分野でも用いられている樹脂製品への適用を目指す。また、投射状態の可視化の高度化を図り、より高精度な評価手法に結びつける。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計5件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 奥井亮汰・宮島敏郎・鈴木真由美・里見大地・河村新吾
2. 発表標題 MSE法による金型用硬質薄膜の表面強さ評価
3. 学会等名 トライボロジー会議 2020 秋 別府
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 瀧川響・宮島敏郎・嶋村公二・安井悌希
2. 発表標題 MSE法によるアルミダイカスト金型用硬質薄膜被覆鋼材の表面強さ評価 -基材の窒化深さによる硬質薄膜への影響
3. 学会等名 トライボロジー会議 2020 秋 別府
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 山下航河・大嶋元啓 坂村芳孝
2. 発表標題 微粒子エロージョン法におけるスラリー液滴の粒径計測
3. 学会等名 日本機械学会北信越支部第50回学生員卒業研究発表講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 福島滉也・大嶋元啓・宮島敏郎・堀川教世・勝俣 力
2. 発表標題 MSE法・微粒子エロージョン法における投射状態の可視化
3. 学会等名 日本機械学会 北陸信越支部 第59期総会・講演会
4. 発表年 2019年～2020年

1. 発表者名 山下達希・宮島敏郎・堀川教世・里見大地・河村新吾
2. 発表標題 投射粒子径を変えたMSE法および微粒子エロージョン法による硬質薄膜の表面強度評価
3. 学会等名 日本機械学会 北陸信越支部 第59期総会・講演会
4. 発表年 2019年～2020年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	大嶋 元啓 (Oshima Motohiro) (40511803)	富山県立大学・工学部・講師 (23201)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------