

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 5 月 22 日現在

機関番号：15401

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2014～2016

課題番号：26820010

研究課題名(和文)安定金属拡散層を援用した高耐久性フレキシブルカーボンコーティングの創製

研究課題名(英文)Creation of highly durable flexible carbon coating adopted a stable metal diffusion layer

研究代表者

曙 紘之(Akebono, Hiroyuki)

広島大学・工学研究院・助教

研究者番号：50447215

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、カーボンコーティングと化学的親和性の高い金属元素を基材表面に安定的に拡散させることにより優れた基材密着性を実現しつつ、さらに硬度の異なる2種類のカーボンコーティングを格子状に成膜することにより、優れた耐久性を発現するフレキシブルカーボンコーティングの創製を目指した。その結果、AIH-FPP処理によりカーボンと化学的親和性が高いCrから成る拡散層を基材表層に形成した後、軟質なカーボンコーティングと硬質なカーボンコーティングを格子状に積層コーティングすることにより、従来のカーボンコーティング被覆材に比べ、優れた基材密着性、および耐久性を発現可能であることが明らかとなった。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this study is to create of highly durable flexible carbon coating adopted a stable metal diffusion layer. Excellent adhesion strenght can be achieved that stably diffusing a metal element with high chemical affinity to the carbon coating on the surface of the base material. Furthermore, we can create a flexible carbon coating that exhibits excellent durability against various load directions by forming two kinds of carbon coatings with different hardness in a lattice pattern. From the experimental results, the proposed method in this study can be achieve the superior adhesion to the substrate and durability can be exhibited as compared with the conventional carbon coating material by forming a diffusion layer made of Cr element having high chemical affinity with carbon and by laminating a soft carbon film and a hard carbon film in a lattice pattern.

研究分野：機械工学

キーワード：硬質薄膜

1. 研究開始当初の背景

地球環境問題を背景として、様々な産業分野において、優れた摺動特性を有する硬質薄膜が注目を集めている。中でも炭素を主成分とするカーボンコーティングは極めて優れた摺動特性を有することから、機械・装置類の駆動部・摺動部に適用することで、駆動時のエネルギー損失の低減、すなわち高エネルギー化をもたらす「環境親和型表面処理」としてその適用範囲が拡大している。このような社会的背景の下、世界中の研究機関・企業においてカーボンコーティングに関する研究開発が盛んに行われており、新たな被膜化学組成や成膜方法が次々と発表され、世界規模でカーボンコーティングの研究開発が行われていることがわかる。中でも、カーボンコーティングの実用に際し常に懸念される「基材密着性」に関する取組は盛んに行われており、現在では図1に示す通り、基材とカーボンコーティングの間に、中間の硬さを有し、且つ化学的親和性の優れた Cr, W, Ti などの中間層を数層形成する手法が主流となっている。しかしながら、このような他元素から成る中間層を用いる成膜手法は、成膜コストを増加させ、さらに成膜過程の複雑さから熟練した技術・知識が必要となる等、最善の方法とは言い難い。

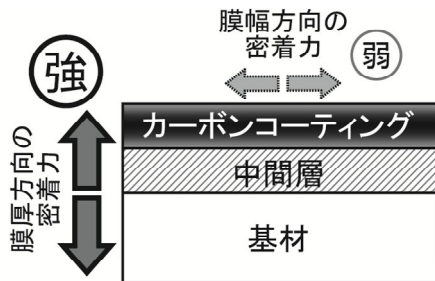


図1 従来の密着性改善手法

そこで本研究では、カーボンコーティングと化学的親和性の高い金属元素を基材表面に安定的に拡散させることにより、より低コスト、且つ簡便な手法によりカーボンコーティングの基材密着性の飛躍的な向上を狙う。また、さらなる適用範囲拡大のためには長期使用、且つ複雑な実荷重負荷に対する「耐久性」の向上も重要な課題である。上述した中間層を用いた成膜手法は膜厚方向の密着力向上は期待できるものの、膜幅方向などの密着力向上は期待できない。事実、申請者のこれまでの研究により、従来手法により作成したカーボンコーティング被覆金属に対し膜幅方向へ負荷を与えた場合、図2に示す通り、負荷の極初期段階でカーボンコーティングに微小割れが生じ、これにより基材が露出してしまう現象が幾度も観察されており、カーボンコーティングの更なる耐久性向上は急務である。より低コスト、且つ簡便に基材密着力を向上させ、さらに実用を想定した種々の負荷方向・負荷状態に対しても優れた耐久

性を有するカーボンコーティングの創製が必要であるとの認識を強く持ったことが本提案研究の背景である。

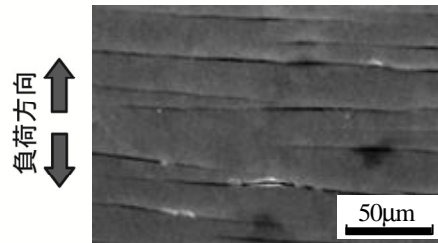


図2 負荷により発生する微小割れ

2. 研究の目的

上述したように、実用を想定した種々の負荷方向・負荷状態に対しても高い基材密着性、耐久性を有するフレキシブルカーボンコーティングを創製することを本研究の目的としている。「高密着性」を実現するための安定金属拡散層の形成には、申請者が開発した「雰囲気制御高周波微粒子ピーニング (Atmospheric controlled Induction Heating - Fine Particle Peening : AIH-FPP)」を用いる。AIH-FPPとは、図3に概要を示す通り、緻密に制御された不活性ガス雰囲気中で、被処理材を加熱しながらピーニング処理を施す表面処理法であり、これにより基材表面に投射材の金属元素が均一、且つ安定して存在する金属拡散層を形成可能であることが申請者のこれまでの研究により明らかになっている。AIH-FPPによりカーボンコーティング成膜前の基材表面にカーボンと化学的親和性が高い Cr 拡散層を形成することにより、カーボンコーティングの基材密着性が飛躍的に向上するものと考えている。さらに、長期使用、且つ複雑な実荷重負荷に対する「高耐久性」は、図4に示す通り、硬さの異なる2種類のカーボンコーティングを格子状に積層コーティングすることにより飛躍的な向上を目指す。提案手法により作成したフレキシブルカーボンコーティング被覆部材に対し、実用を想定した繰返し負荷を与え、その耐久性、および微視的損傷過程を詳細に観察することにより、本研究で提案する成膜手法が、従来一般的なカーボンコーティング被覆部材に比べ優れた耐久性を発現することを実験的に証明することを目指す。

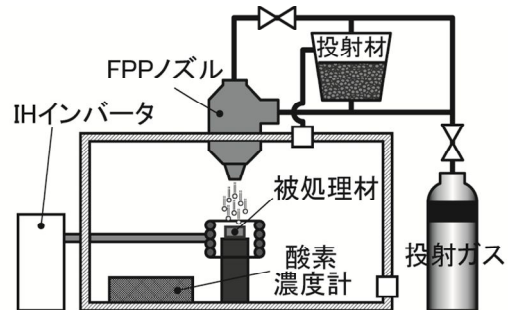


図3 AIH-FPP装置 概略図

本研究の成果により、実用を想定した複雑な負荷状態においても高耐久性を発現するフレキシブルカーボンコーティング被覆部材の創製が可能となれば、これまで長期耐久性の懸念から成膜が敬遠されていた機械・装置類の駆動部、摺動部へのカーボンコーティング適用が加速度的に拡大していくものと期待される。冒頭述べたように、カーボンコーティングは著しく優れた摺動特性を有しており、駆動部、摺動部でのエネルギー損失を減少させる「省エネルギー効果」が期待される表面処理技術である。すなわち、カーボンコーティング適用範囲の拡大は地球環境問題にも寄与する極めて重要な技術であり、地球レベルで十分意義のある研究であるといえる。

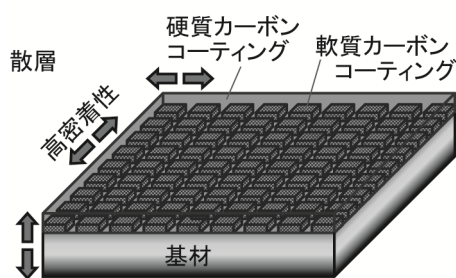


図4 フレキシブルカーボンコーティング構造

3. 研究の方法

本研究の研究期間（3年間）においては、以下に詳細を示す通り全5段階の研究計画を遂行する。

[step.1] AIH-FPP装置の改良

現在のAIH-FPP装置は平面への処理のみが可能である。しかしながら種々の耐久試験を実施するためには、円柱型試験片側面全体にAIH-FPPを施す必要があることからAIH-FPP装置の改良を行う。具体的には、図4に示す通り、鞍型の高周波誘導加熱コイルに変更し、さらに小型旋盤に取り付けた被処理材を回転させながらAIH-FPPを施すことができるよう改良を行う。

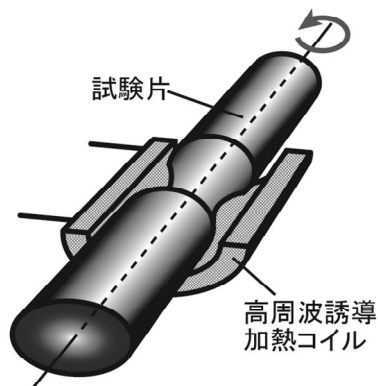


図5 AIH-FPP装置の改良概要

[step.2] 安定金属拡散層の形成

供試材には、一般的な炭素鋼 S45C（調質材）を用いる。同材を円柱型試験片形状に機械加工した後、Cr 投射材を用いた AIH-FPP により、Cr 拡散層の形成を行う。その際、AIH-FPP 処理条件を種々変更することにより、拡散層厚さの異なる2種類の試験片を作成する。AIH-FPP 後、試験片表面に形成されたCr 拡散層の様相、厚さ、Cr 元素濃度を詳細に観察し、フレキシブルカーボンコーティングの密着性・耐久性との関連付けのための結果を得る。

[step.3] フレキシブルカーボンコーティングの成膜

2種類のAIH-FPP処理材に対しフレキシブルカーボンコーティングを成膜する。アルミナメッシュを用い軟質カーボンコーティングを格子状に成膜した後、硬質カーボンコーティングを成膜することにより、格子状のフレキシブルカーボンコーティングの成膜が可能となる。なお成膜装置には、緻密な成膜条件設定が可能であるUBMS装置を用いる。この際、異なるメッシュ間隔を有するアルミナメッシュを用いることにより、格子間隔の異なる3種類のフレキシブルカーボンコーティングの成膜を行う。（比較のため、一般的なカーボンコーティング被覆部材も作製する）

[step.4] フレキシブルカーボンコーティング被覆材の密着性、耐久性評価

Step.3により作製したフレキシブルカーボンコーティング被覆試験片に対し、種々の静的・動的荷重負荷を与えることにより、その密着性・耐久性について評価を行う。具体的には、静的な軸荷重・曲げ荷重試験、一般的な密着性評価に用いられるスクラッチ試験、動的な繰返し軸荷重・曲げ荷重試験、および摺動試験である。その際、コーティングに発生する微視的損傷・剥離を詳細に観察、追跡することにより、種々の荷重負荷に対する密着性・耐久性に関する定量的評価を行い、比較材である一般的なカーボンコーティング被覆試験片と比較しながら、その優位性を明らかにする。

[step.5] より優れた耐久性を有するフレキシブルカーボンコーティング被覆部材の検討

本段階では、step.4の実験的アプローチにより得られた知見に基づき、より高い密着力・耐久性を発現すると考えられるより最適な被膜構造について検討を行う。例えば、観察されたカーボンコーティングの微視的損傷に応じ、成膜時のアルミナメッシュ間隔を変更すること、また示すフレキシブルカーボンコーティングの積層数を変更することにより、ニーズの高い厚膜化にも合わせて取り組む予定である。

4. 研究成果

まず、現在所有しているAIH-FPP処理装置

を改良することにより、円柱型試験片の側面部へ処理可能な状態とすることを旨とした。具体的には、現状の円柱型高周波誘導加熱コイルを、鞍型コイルに変更し、さらに装置内に小型旋盤を取り付けることにより、被処理材を回転させながら AIH-FPP 処理を施すことを可能とした。その後、改良した AIH-FPP 装置を使用し、一般炭素鋼 S45C に対し、投射材に Cr 粒子を用いた AIH-FPP 処理を実施し Cr 拡散層の形成を試みた。その際、加熱保持時間を変更した 2 種類の処理を施した（投射時間は 120 秒一定）。処理後の試験片表面断面を詳細に観察した結果、両試験片表面に Cr 拡散層の形成が確認されたが、加熱保持時間が長いほど、形成される Cr 拡散層が厚くなることが明らかとなった。

次に、Cr 拡散層を形成した試験片に対し、軟質カーボンコーティングを成膜した後、硬質カーボンコーティングを成膜することにより、フレキシブルカーボンコーティングの成膜を試みた。このように成膜したカーボンコーティング被覆材に対し、繰返し摺動負荷試験、静的軸荷重負荷試験、繰返し軸荷重負荷試験を行い、その摺動特性、および静的・動的負荷に対する耐久性を実験的に検討した。その結果、本研究で提案する AIH-FPP 処理による Cr 拡散層を有するフレキシブルカーボンコーティング被覆材に比べ、非常に優れた耐久性を示すことが明らかとなった。

最後に、より優れた密着性、耐久性を実現する最適な被膜構造について、特にアルミナメッシュ間隔の影響に注目した実験的検討を行った。その結果、高い密着力・耐久性を発現する最適なメッシュ間隔が存在することが明らかとなり、本研究の範囲においては、メッシュ間隔 3 μm が最も高い密着力・耐久性を発現可能であることが明らかとなった。

以上、これまでの研究期間全体を通して、本研究で提案した AIH-FPP 処理によりカーボンと化学的親和性が高い Cr から成る拡散層を基材表面に形成した後、軟質なカーボンコーティングと硬質なカーボンコーティングを格子状に積層コーティングすることが可能となること、また同材の基材密着性、静的・動的負荷に対する耐久性を実験的に検討した結果、本研究で提案する成膜手法は、従来のカーボンコーティング被覆材に比べ、優れた基材密着性、および耐久性を発現可能であることが明らかとなった。

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 0 件)

〔学会発表〕(計 2 件)

1. Kenta Ueyama, Koji Kobayashi, Hiroyuki

Akebono, Jun Komotori and Atsushi Sugeta “Fatigue Properties of DLC Coated Steel AISI1045 with Cr Diffusion Layer on the Substrate Surface by AIH-FPP Process”, 12th International Conference on the Mechanical Behavior of Materials (ICM12)(Karlsruhe, Germany), (2015-05).

2. 上山健太, 小林弘治, 曙紘之, 加藤昌彦, 小茂鳥潤, 菅田淳, “母材表面に Cr 拡散層を形成した DLC 被覆鋼 S45C の疲労特性”, 日本機械学会 2014 年度年次大会(東京電機大学, 東京), (2014-9)

〔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：
国内外の別：

○取得状況(計 0 件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
取得年月日：
国内外の別：

〔その他〕
ホームページ等

6. 研究組織

(1)研究代表者

曙 紘之 (HIROYUKI AKEBONO)
広島大学・大学院工学研究科・助教
研究者番号：50447215