

窒化チタン複合表面改質膜の結晶配向制御による耐摩耗性向上

加工技術課 岩坪 聡、富山県立大学 春山義夫、堀川教世、YKK(株) 河村新吾、石井淳哉

1. はじめに

切削工具や冷間加工の金型には、摩擦摩耗の低減による寿命の向上が求められている。例えば自動車用構造鋼板として主流となりつつある高張力鋼であるハイテン(高張力)鋼板の成形プレス用金型はまだ非常に短寿命であり、その寿命延長技術の開発が急務となっている。そのため、TiN に代表される硬質薄膜による表面改質処理の重要性は非常に高い。鉄鋼基材を窒化処理したものに窒化チタン被覆をする複合表面改質は、耐摩耗性を高めるための有効な方法であり、これまで基材の窒化処理後に焼戻し処理をすることにより、顕著な耐摩耗性向上効果があることを明らかにしてきた^[1]。この技術の応用においては、膜の特性のみならず、基材となる材料との密着性や硬さの違いなど、膜と基材との様々な関係を明らかにしなければ、実用上の特性向上は見込めない。そこで本研究では、窒化チタン複合表面改質膜の製膜方法やバイアス電圧等の製膜条件を改良して、膜の緻密化と結晶配向を制御した膜を作製した。その膜の摩擦摩耗試験等による性能評価を行い、膜構造やその幾何的特性が磨耗特性に及ぼす影響因子を検討した。

2. 実験方法及び結果

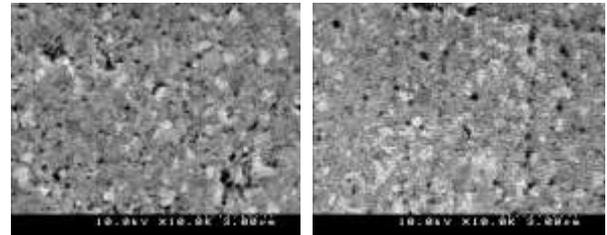
工具材料として良く使用されている合金工具鋼 SKD61 を鏡面研磨し、プラズマ光輝窒化処理装置と HCD 型イオンプレーティング装置を用いて TiN 膜を作製した。その後、水素雰囲気中で焼戻し処理を行い、イオンプレーティングで TiN 被膜を形成した試験片を作製し、その特性を調べた。摺動試験はマイクロスラージェットエロージョン MSE 試験機と摩擦摩耗動試験機を用いて評価した。

TiN 膜の配向性の制御するために、膜成長を一端切らす方向で基材を回転した状態で膜堆積するもの(C-coating)、基材への入射の方向を固定し単に回転させて変化させて膜堆積するもの(N-coating)で、膜を作製した。つまり、堆積粒子の斜め入射効果により膜成長過程を変化させた。

作製した膜の配向性は X 線回折にて分析した。C-coating は(200)面の回折ピークが高いのに対し、N-coating は細密面である(111)面の回折ピークが高いものが多く(111)面の(200)面に対する回折強度比 $R_{(111)/(200)}$ は、C-coating では 0.1~0.7、N-coating では 0.07~300 の範囲で、粒子の入射方法によって膜の配向性制御が可能であることが分かった。

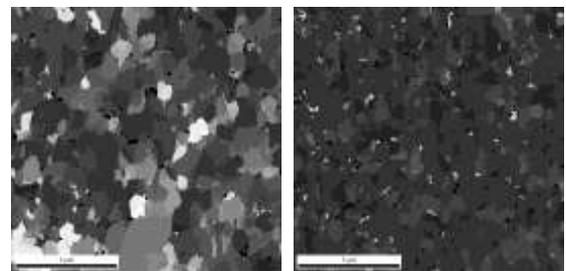
次に作製した膜を、SEM と EBSD にて微細構造の分析を行った。図 1 に結晶の配向比率が異なる $R_{(111)/(200)}$ が 3.9 と 112 の膜の SEM 像を示す。X 線回折から求められる結晶子の大きさは 28~34nm 程度でほぼ同じだったが、EBSD から求められる大きさは、 $R_{(111)/(200)}$ が 3.9 より 112 の方が細かく、約 600 nm から 300 nm に減少することが分かった。つまり、 $R_{(111)/(200)}$ が大きい膜は、面内方

向で微結晶化しているために、高い細密配向の状態が実現できていることが分かった。



(a) $R_{(111)/(200)} = 3.9$ (b) $R_{(111)/(200)} = 112$

図 1 配向状態の異なる TiN 膜表面の SEM 像



(a) $R_{(111)/(200)} = 3.9$ (b) $R_{(111)/(200)} = 112$

図 2 配向状態の異なる TiN 膜表面の EBSD 像

(黒い部分が(111)の配向している結晶粒を示す。)

作製した膜の硬さをナノインデンテーション法にて、測定した。膜の塑性硬さを示す HV は 2300~2600 の範囲の値を示し、(111)面の多いものが少し硬くなる傾向があった。また、(200)面が多くなる膜では軽荷重で測定値がばらつく傾向があった。

作製した膜の摩耗試験の結果は、 $R_{(111)/(200)}$ が 50 以下ではマイクロチップングで摩耗が進行した後に、スクラッチングが発生して進行し、膜寿命に至った。一方、 $R_{(111)/(200)}$ が 100 以上の場合、マイクロチップングのみで摩耗が進行して、膜が消滅して膜寿命に至った。スクラッチングは、すべり方向に垂直に膜厚さ方向に発生した亀裂が膜と基材との界面に沿ってすべり方向下流側に進展するもので、これが発生すると急速に膜が消滅することが分かった。これが発生しにくい配向性の膜が膜寿命の大幅な延長につながる。また、微結晶化している方が、スクラッチングも発生しにくく考えられる。

以上のことから、膜表面に膜内部にすべりを誘導する(200)配向面をなるべく発生させず、微結晶化する処理が、安定な摺動特性を得るために不可欠であると考えることができた。

(参考文献)

[1] 石井・春山 etc, トライボロジスト, 54, 3, 209-216, (2009)