

K-0706 熱 CVD 法によるチタン系硬質薄膜のアルミニウム合金とのしゅう動性能評価

Performance Evaluation of Chemical Vapor Deposited Titanium Coatings Sliding Against Aluminum Alloy

○ 正 春山 義夫 (富山県立大) 正 河村 新吾 (YKK) 正 木村 好次 (香川大)
 正 塩澤 和章 (富山大) 正 横井 信安 (富山県立大)

Yoshio HARUYAMA, Toyama Prefectural University, Kosugi-machi, Toyama 939-0398

Shingo KAWAMURA, YKK Corporation,

Yoshitsugu KIMURA, Kagawa University

Kazuaki SHIOZAWA, Toyama University

Nobuyasu YOKOI, Toyama Prefectural University

Ring on block sliding experiments were carried out in nitrogen atmosphere in order to evaluate wear behaviors and film lives of coated tool steels prepared by CVD, aiming at improving performances of tools for aluminum plasticity processes such as extrusion dies. Coated blocks of tool steels, SKD61 and SKH51, with three layers of TiC/TiCN/TiN or single TiC layer were examined sliding against rings of aluminum alloy, A6063-T5, under a dry condition comparing with gas-nitrided ones. A characteristic growing process of failures for coated specimens was observed: after slid to a certain distance, a small damage on the film surface took place under a transfer layer of aluminum alloy, and with a little increase of sliding distance, the damage expanded rapidly toward downward. It seems to resemble the generation of the failures, which was observed in TiC/TiCN/TiN coated extrusion dies. The film lives of coated specimens were longer than the life of gas-nitrided one and a TiC coated specimen of SKH51 had a marked longest film life.

Key Words: CVD, Titanium Coating, Film Life, Alloy Tool Steel, Aluminum Alloy, Extrusion

1. 緒言

アルミニウム合金の無潤滑加工用工具の性能向上を目的としてチタン系硬質薄膜の適用を考え、著者らは Al 合金を相手材とする無潤滑しゅう動試験により、Al 酸化物の摩耗粉が発生する空气中・摩耗領域の条件下で窒化チタン複合表面改質膜の性能を評価し、基材の窒化処理後に焼戻し処理を行うことで膜寿命が2倍以上に延長することを報告した⁽¹⁾⁽²⁾。

Al 合金の無潤滑加工用工具のおかれる状況は、このように酸化物摩耗粉が発生し摩耗が進行する場合のほか、押し出し加工用ダイスのように酸素の供給が不十分となり、工具に Al 合金の移着が生じる場合が考えられる。本報ではその状況を想定し、窒素雰囲気下で Al 合金を相手材とする無潤滑しゅう動試験により、チタン系硬質薄膜の性能評価を行う。

2. 試験片

試験片は基材として、40×40×10mm の合金工具鋼 SKD61 と高速度工具鋼 SKH51 を選び、それぞれを硬度 HRC47±1, HRC61±1 に熱処理し、40mm 平方の一面を鏡面研磨した後、熱 CVD 法により基材から順に TiC, TiCN, TiN 層からなる3層被覆、あるいは TiC 単層被覆を施したものである。その後、真空中で再度熱処理を行い、基材硬度をそれぞれ HRC52±1, HRC61±1 とし、最後に40mm 平方の面をポリッシングした。また、比較のために、通常の押し出しダイスに使われているガス窒化材の試験片も作成した。これは CVD 処理する前までの加工工程を経た試験片のしゅう動面に安定した窒化層を得るために、#800のエメリー紙で研磨した後、ガス窒化を施し、深さ約100μmの窒化層を形

成し、その後表面をポリッシングしたものであり、表面には厚さ約5μmの白層が残っている。表1に本試験で用いた試験片の記号、膜厚、表面粗さ、スクラッチ試験による臨界荷重 L_c 、膜内の残留応力を示す。

3. しゅう動試験

しゅう動試験は既報⁽¹⁾と同様の、リング・オン・ブロック摩擦・摩耗試験機により行った。Al 合金 A6063-T5 (外径25.6mm, 内径20.0mm) をリング試験片とし、表1の被覆材をブロック試験片とした。試験部は気密シールを施したチャンバ内に置いてあり、脱水器を通した高純度窒素(99.999%以上)を流して、酸素濃度を2ppm以下、露点を-60℃以下にして試験を行った。試験条件は荷重 $P=250\text{N}$ 、すべり速度 $V=0.1\text{m/s}$ の一定とし、あらかじめ設定した距離までしゅう動させた後、試験片表面に移着した Al 合金を NaOH 水溶液を用いて溶解除去し、表面の損傷を観察した。

4. しゅう動試験結果

いずれの場合も、しゅう動によってリング試験片の Al 合金がブロック試験片に移着し、そのしゅう動面を覆うのが見られた。

試験中の摩擦係数は不規則に大きく変動しているが、平均値には試験片の種類による差はあまり見られなく、0.69~0.72であった。これは、窒素中でのしゅう動ではリング試験片とブロック試験片に移着した Al 合金との摩擦になるため、摩擦係数にあまり大きな差が現れなかったものと思われる。

あるすべり距離まで、被膜の損傷は見られないが、図1に

Table 1 Film thickness, surface roughness, critical load L_c and residual stress of specimens

	Code	Thickness of each layer, μm	Surface roughness R_a , μm	L_c , N	Residual stress, GPa
TiC/TiCN/TiN coated SKD61	TiN(D)	TiC:3.8, TiCN:1.0, TiN:3.2	0.02	50	-0.74
TiC/TiCN/TiN coated SKH51	TiN(H)	TiC:3.8, TiCN:1.2, TiN:3.8	0.02	57	-0.94
TiC coated SKD61	TiC(D)	TiC:6.0	0.02	18	-2.2
TiC coated SKH51	TiC(H)	TiC:6.0	0.02	38	-2.4
Gas nitrided SKD61	GN	—	0.004	—	—

[No.01-1] 日本機械学会 2001 年度年次大会講演論文集 (I) [2001-8.27~30,福井市]

一例を示すように、いったん貝殻状の損傷が発生すると、その後しゅう動方向に急速に拡大する。このときクラックは被膜内部あるいは基材との界面付近を進展し、基材が受ける損傷はわずかである。

5. 膜寿命の評価および考察

被膜に小さな損傷が発生すると急速に拡大することから、膜寿命を大きさ 50 μm 以上の損傷が観察されるすべり距離と定義した。GN については、比較的短いすべり距離で大きさ数十 μm 程度の損傷が発生し、さらにすべり距離が増すとある時点で貝殻状の損傷となって急速に拡大することから、膜寿命を、大きさ 500 μm 以上の損傷が観察されるすべり距離として定義した。

図 2 に各被覆材の膜寿命の比較を示す。窒化材に比べ被覆材の寿命は長く、TiN 膜に比べ TiC 膜の寿命が長い。また、基材に SKH51 を用いたものが SKD61 を用いたものに比べて寿命が長い。

TiN 被覆の損傷は数千 m すべった後に発生していることから、接触部に繰り返し作用する垂直力および摩擦力による、被膜の疲れ破壊によるものと解釈される。その際いったん被膜にクラックが入ると、基材との界面に大きな引張り応力およびせん断応力が働くため、クラックは界面に沿って急速に進展し、下流方向に損傷を拡大したものと考えられる。

表 1 に見られるように TiN 膜の圧縮の残留応力は TiC 膜に比べて小さい。被膜の結晶構造は、TiC 膜は結晶粒が細かく緻密であるのに対し、TiN 膜では、TiN 層が応力に弱いとされる柱状構造である。さらに層間の組成および結晶粒の不連続性は、クラックを進展させやすいと考えられる。これらのことが TiN 膜の寿命が TiC 膜に比較して短くなる一因として考えられる。また、TiC(H)の膜寿命が TiC(D)に比べて長いのは、スクラッチ試験の Lc 値にも見られるように、膜と基材との付着強度の違いが考えられる。

本試験における被膜の損傷発生の様子は、押し出しダイスに見られたものと現象的に似ており⁽⁹⁾、本試験は硬質膜被覆を適用する際の性能評価法の一つとして有効であると思われる。しかし、実際の押し出しダイスでは、本試験の条件よりは Al 合金の酸化摩耗粉が生じやすい雰囲気であると考えられ、硬質摩耗粉が介在する場合の耐摩耗性も考えて、空気中での試験結果と合わせて評価すべきであると思われる。事実、被覆してない

合金工具鋼 SKD61 のしゅう動試験結果は、窒素中試験ではすべり距離 15000m においても損傷は発生していないが、空気中試験では、アブレイブ摩耗が発生し、非常に短寿命である。図 3 に示す空気中試験による結果によると、TiN 膜の方が TiC 膜に比べて寿命が長い。

6. 結言

チタン系硬質薄膜を Al 合金の押し出し加工用ダイスに適用することを考え、窒素雰囲気下におけるしゅう動試験により性能評価を行った。

- (1) 被膜の損傷発生の様子は、実際の押し出しダイスに見られるものと似ており、本試験は性能評価法の一つとして有効であると思われる。
- (2) 膜寿命は、TiC 膜が TiN 3 層膜に比べて長く、基材に SKH51 を用いる方が SKD61 に比べて長い。

文 献

- 1) 河村・他 4 名, 機論 (C 偏), 65-640 (1999), 4846.
- 2) 河村・他 4 名, 機論 (C 偏), 66-646 (2000), 1988.
- 3) 春山・他 4 名, トライボロジー会議予稿集, (1999-10), 155.

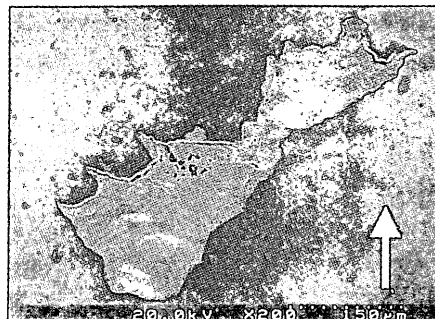


Fig.1 Representative example of TiN(D) film failure
Sliding distance : 2200m

“→” mark indicates the sliding direction.

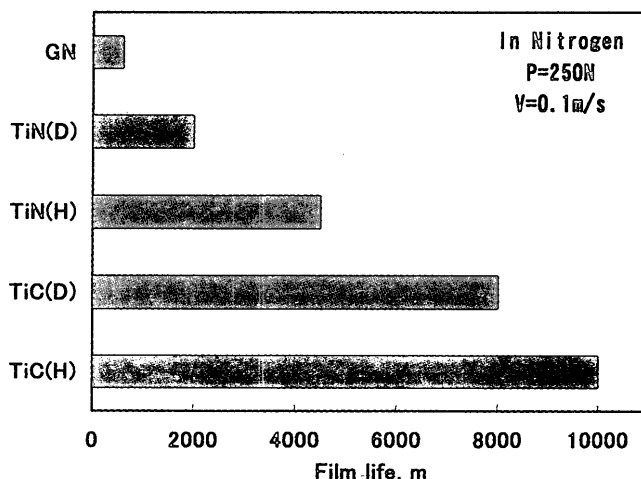


Fig.2 Film lives of test specimens, in nitrogen

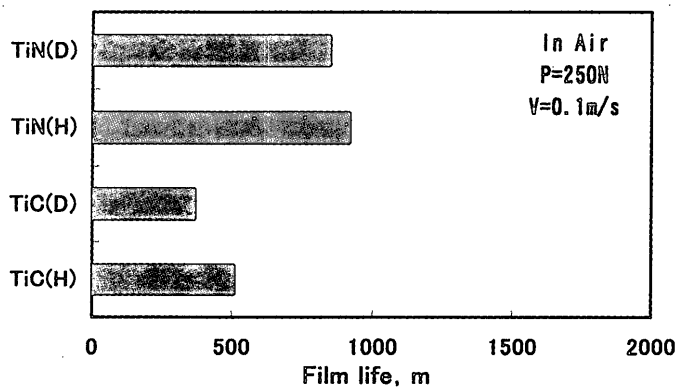


Fig.3 Film lives of test specimens, in air