

複合表面改質を施した合金工具鋼のアルミニウム合金との しゅう動による摩耗特性*

河村新吾^{*1}, 春山義夫^{*2}, 横井信安^{*2}
木村好次^{*3}, 塩澤和章^{*4}

Wear Properties of Duplex Surface Treated Alloy Tool Steel Sliding Against Aluminum Alloy

Shingo KAWAMURA^{*5}, Yoshio HARUYAMA, Nobuyasu YOKOI,
Yoshitsugu KIMURA and Kazuaki SHIOZAWA

^{*5} YKK Corporation, Machinery Head Quarters, Yoshida 200, Kurobe, Toyama, 938-8601 Japan

A duplex surface treatment of tool steel, which comprises of nitriding of a substrate and coating of a titanium nitride (TiN) layer, is studied as a potential tool material for plasticity processes of aluminum alloy without lubrication. Tribological properties are determined on a ring-on-block arrangement, where the ring is made of aluminum alloy, A6063, and the block is made of the TiN duplex treated alloy tool steel, SKD61, and is compared with untreated, nitrided, and TiN ion-plated alloy tool steel. At higher loads and higher speeds, transfer of the aluminum alloy onto the tool steel occurs, which is little improved by the treatment. Wear of the tool steel takes place as the predominant mode of surface damage at lower loads and lower speeds, and is markedly reduced by the duplex treatment. Possible mechanisms of the improvement are discussed.

Key Words: Wear, Surface Treatment, Coating, Nitriding, Alloy Tool Steel, Aluminum Alloy, Duplex Surface Treatment, TiN Coating, Plasma Nitriding

1. 緒 言

潤滑下で使用される切削工具や冷間加工の金型には、摩耗の低減による寿命の延長、被加工材の移着防止による摩擦の低減あるいは製品の品質向上などを目的として、窒化チタン(TiN)に代表されるチタン系の硬質膜による表面改質が使われている。特に、硬質膜のコーティングを窒化と組み合わせた複合表面改質には、高い耐摩耗性が期待されている⁽¹⁾。

このような改質面を、アルミニウム合金の塑性加工工具、特に温間・熱間加工の金型に用いることにより、無潤滑での加工が可能になれば、環境保全をはじめ資するところが大きい。そこで本稿では、それら工具に用いられている合金工具鋼を基材とし、複合表面改質をはじめ数種の改質面の、アルミニウム合金との無潤滑しゅう動試験を行った結果を述べる。

2. 試 験 片

改質を施した合金工具鋼SKD61 [化学組成(mass%): 0.38 C, 0.98 Si, 0.41 Mn, 0.009 P, 0.001 S, 5.08 Cr, 1.36 Mo, 0.85 V] と、アルミニウム合金A6063 [化学組成(mass%): 0.42 Si, 0.18 Fe, 0.01 Cu, 0.01 Mn, 0.50 Mg, 0.01 Cr, 0.01 Zn, 0.01 Ti] とを、リング・オン・ブロック方式により無潤滑でしゅう動させ、摩擦および表面損傷を調べた。

厚さ10 mmの合金工具鋼SKD61の板から、一辺40 mmの正方形のブロックを切り出して、その片面をしゅう動面として次のような表面改質を施し、非改質のものを含め6種類の試験片を作成した。なお、説明中のカッコ内は以下に用いる改質面の略号で、数値は μm 単位で表したTiN膜の概略の厚さを示す。

(1) 非改質(UM-0) SKD61を硬さHRC47 \pm 1に熱処理後機械加工し、鏡面研磨したもの。

(2) ガス窒化(GN-0) UM-0にガス窒化を施し、厚さ約100 μm の窒化層を形成したのち、表面をラップ仕上げしたもの。ラップ後の表面には、厚さ約5 μm の白層が残っている。

(3) イオンプレーティング(IP-2, IP-5) HCD

* 原稿受付 1999年3月15日。

^{*1} 正員, YKK(株) (☎938-8601 黒部市吉田200)。

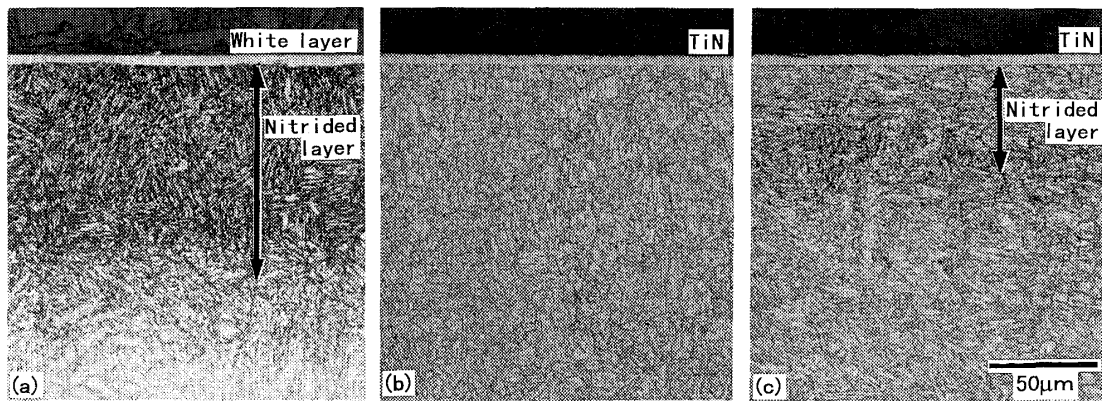
^{*2} 正員, 富山県立大学 (☎939-0398 富山県射水郡小杉町黒河5180)。

^{*3} 正員, 香川大学 (☎760-8526 高松市幸町1-1)。

^{*4} 正員, 富山大学 (☎930-8555 富山市五福3190)。

Table 1 TiN thickness, depth of nitrided layer and surface roughness of specimens, μm

	Code	Film thickness	Nitrided layer	Surface roughness Ry
SKD61	UM-0	—	—	0.03
Gas nitrided SKD61	GN-0	—	100	0.06
TiN coated SKD61	IP-2	2.1	—	0.06
	IP-5	5.2	—	0.08
Duplex treated SKD61	DM-2	2.4	50	0.09
	DM-5	5.2	50	0.11



(a) GN-0

(b) IP-5

(c) DM-5

Fig. 1 Cross sections of surface treated SKD 61

型イオンプレーティング装置により、UM-0の表面に厚さ2.1、5.2 μm のTiN膜をコーティングしたもの。

(4) 複合改質(DM-2, DM-5) UM-0の表面にプラズマ光輝窒化処理⁽²⁾を施して、厚さ約50 μm の窒化層を形成したのち、HCD型イオンプレーティング装置により厚さ2.4、5.2 μm のTiN膜をコーティングしたもの。

表1に上記各表面改質によるTiN膜の厚さ、窒化層の厚さ、表面粗さを、図1にこれらの表面改質を施した試験片の断面写真を示す。

3. 各改質面の基本的性質

各改質面の基本的な性質として、硬さおよびTiN膜の付着強度を調べた。

3.1 硬さ試験 マイクロビッカース硬さ試験機(アカシMVK-G3)により、測定荷重0.25~4.90 Nの下で各改質面の硬さを測定した。結果を図2に示す。

硬質膜の厚さが小さいために、最低荷重をも含め、膜厚、荷重に依存して基材の影響が現れている⁽³⁾。この結果から、膜厚、基材の処理によらずこれらTiN膜自体の硬さはHV2500程度と推定され、硬質膜としてのTiN膜の一般的な硬さの範囲にあることがわ

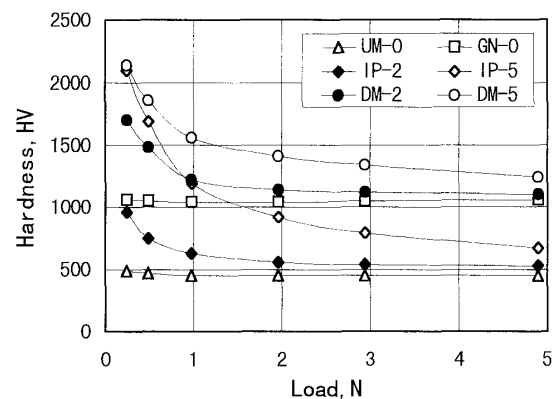


Fig. 2 Measured hardness with varying loads

かる。また膜厚の影響として、測定荷重に伴う硬さの低下の違いを見ると、IP-2とIP-5では差が大きく、DM-2とDM-5では差が小さい。これは、硬質膜自体の硬さは同様であっても、基材の硬さによって膜厚の及ぼす影響が異なって現れるものと解釈される。一方、UM-0とGN-0では、この測定荷重の範囲で硬さの測定値はほぼ一定している。

3.2 スクラッチ試験 TiN膜について、CSEM製の試験機によりスクラッチ試験を行った。ダイヤモンド圧子の先端曲率半径は200 μm 、荷重負荷速度100 N/min、試験片移動速度10 mm/min、最大荷重100

Table 2 The critical load L_c and scratch traces of surface treated blocks

Specimens	L_c , N	Final load, N	Scratch traces	
			Around the load of L_c	Around the final load
GN-0	—	100		
IP-2	37 AE-II	50		
IP-5	46 AE-II	75		
DM-2	70 AE-I	100		
DM-5	80 AE-I	100		

Nの標準条件である。

膜の破壊する臨界荷重 L_c の測定値を、日本機械学会基準⁽⁴⁾に基づいて、検出方法とともに表2に示す。表の L_c の欄において、AEは検出がアコースティック・エミッションによっていることを、またI、IIは同基準による破壊のモードを、それぞれ示す。複合改質DM-2、DM-5の臨界荷重は、それぞれIP-2、IP-5の2倍近くになっていることがわかる。

また、表2に試験の最高荷重と、TiN膜の破壊形態の臨界荷重付近における光学顕微鏡写真および、最高荷重付近における電子顕微鏡写真を示す。臨界荷重付近においては、いずれも条痕内部に、条痕とほぼ直交

する円弧状の損傷が見られるが、IP-2、IP-5とDM-2、DM-5では曲がり方が逆になっている。最高荷重付近においては、IP-2、IP-5に見られる損傷が条痕周辺に及んでいるのに対し、DM-2、DM-5の損傷は条痕内部に止まっており、臨界荷重付近における損傷と定性的に同一であるのが特徴的である。

このようなスクラッチ試験における破壊形態の分類例⁽⁵⁾によれば、IP-2、IP-5の場合の圧子の進行方向とは逆方向の曲率中心をもつ円弧状の損傷は、圧子の前方で生じるバックリングによるものであり、この場合には損傷が条痕内にとどまらず、条痕の左右縁のチップング、さらには周囲の巨視的なはく離を生ずること

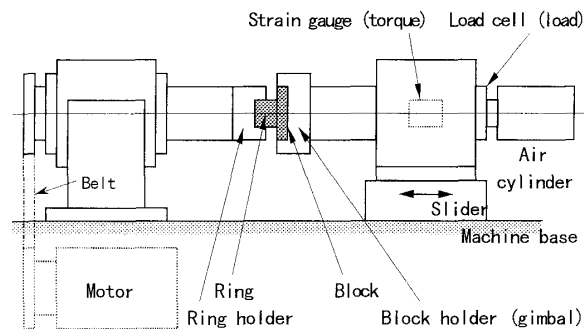
もあるとされている。事実最高荷重付近において、IP-2, IP-5では圧子前方のバックリングによると思われる損傷が条痕内に見られるほか、左右および前方の周辺部にチッピングが認められ、TiN膜が部分的にはく離したことを示している。ただし、付着強度が著しく低い場合に見られる条痕周囲の巨視的なはく離は見られていない。これに対しDM-2, DM-5に見られる、条痕内部のみに生じた、圧子の進行方向に曲率中心をもつ円弧状のクラックは、膜が基材に十分な強度をもって付着している場合に、圧子の後方における引張応力によって生じるものである。

これらの結果から、スクラッチ試験の条件において、IP-2, IP-5のTiN膜もある程度の付着強度はもっているが、DM-2, DM-5の付着強度はさらに高いことがわかる。

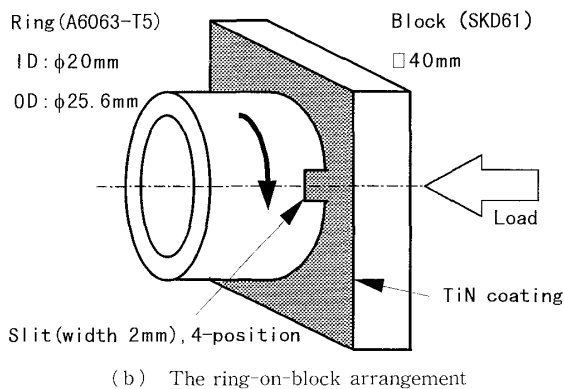
4. しゅう動特性の評価および考察

4.1 実験 しゅう動試験には、図3に示す横型のリング・オン・ブロック型摩擦摩耗試験機を用いた。これは、回転するリングの一端とブロックの表面をしゅう動させるもので、静止側になるブロックを、片当たりを避けるためにジンバルで支持し、空気圧で荷重を加えている。

荷重は50~300 Nの範囲で4段階、すべり速度は



(a) Schematic of the ring on-block tester



(b) The ring-on-block arrangement

Fig. 3

0.04~0.36 m/sの範囲で5段階とし、それぞれ一定の条件の下で、最大1000 mまでしゅう動させた。試験部は簡易シールを行ったチャンバー内に置いてあるが、今回の実験では雰囲気調整は行わず、温度20~25°C、相対湿度45~60%の室内空气中で実験を行った。研究の目的に従い、潤滑は行っていない。

リングは内・外径がそれぞれ20, 25.6 mmであり、被加工材に相当する材料としてアルミニウム合金A6063-T5を用いた。ブロックは前述した試験片である。

摩擦力は、図3(a)に示したように、ブロック支持部にスオレンゲージのトルク変換器を取付けて検出した。一方摩耗は、金型で問題になるのが寸法変化であるため、ブロックの摩耗体積を次の手順で算出した。すなわち、所定の距離しゅう動させたブロックを取外し、しゅう動面上に移着した摩耗生成物を10%のHaOH水溶液で溶解除去し、電子天びんによって重量変化を測定して体積に換算する。この際密度としては、TiNの部分については5.4 mg/mm³、鋼の部分については窒化層を含め7.8 mg/mm³を用いた。

摩耗重量測定後、ブロックしゅう動面をノマルスキー微分干渉顕微鏡で観察して、微視的な損傷形態を調べた。さらに、TiNはく離剤によりしゅう動面に残っているTiN膜を除膜し、基材の損傷形態について同様に調べた。またしゅう動試験中の摩耗粉を集め、走査型電子顕微鏡により形状を、エネルギー分散X線分析によって成分を、それぞれ調べた。

4.2 しゅう動条件と損傷形態 荷重とすべり速度によって、しゅう動後の表面は二つのまったく異なる様相を呈した。図4にDM-5に関する結果を示すが、低荷重・低速の領域では、後述するようにアルミ

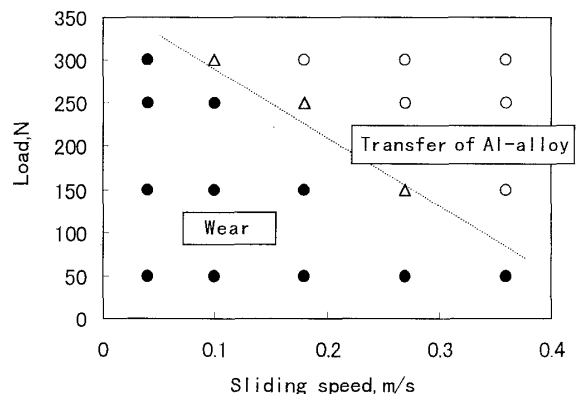


Fig. 4 Major surface damage as a function of load and sliding speed (Test specimens: DM-5)

● wear ○ transfer △ wear and transfer

ニウム合金リングの摩耗により多量のアルミニウム酸化物を主体とする黒色の摩耗粉が発生し、しゅう動面に介在してブロックの摩耗が進行した(●印, 摩耗領域と呼ぶ)。一方高荷重・高速の領域では、黒色摩耗粉はほとんど発生せず、ブロックのしゅう動面にアルミニウム合金の移着層が生成された(○印, 移着領域と呼ぶ)。

これら二つの領域の境界の条件(△印)では、黒色の摩耗粉の発生とともにアルミニウム合金の移着も認められた。このような特徴は、TiN膜をコーティングした他の改質面にも共通しており、遷移の生ずる条件は改質によってほとんど変化していない。残念なことではあるが、今回試みた改質には、移着の防止効果の改善は期待できないという結果になった。

同じくDM-5について、すべり距離1000mにおけるブロックの摩耗量の荷重、すべり速度に対する変化を図5に示す。摩耗領域内において摩耗量は荷重とともに増加し、特に高荷重・低速において大きな摩耗量が認められた。なお移着領域では、移着量の増加に伴って試験機の振動がはげしくなったため、すべり距離500m前後で実験を中止した。その際のブロックの摩耗量は、質量にして測定感度の0.1mg以下であった。

黒色摩耗粉を発生するアルミニウム合金のリングの摩耗量は、体積にしてブロックの摩耗量の2倍以上であるが、本研究の対象とする加工では、被加工材の摩耗を生じる面積が工具のそれに比べて幾桁も大きく、その摩耗量は事実上問題にならないので、ここでは詳細な検討の対象から除外する。

4.3 摩耗領域における特性 摩耗領域の低荷重・低速条件の代表例として、荷重50N、すべり速度0.04m/sの条件を選び、改質による摩擦・摩耗特性の変化を調べた。

4.3.1 摩擦係数 摩擦係数の測定値を、表3に

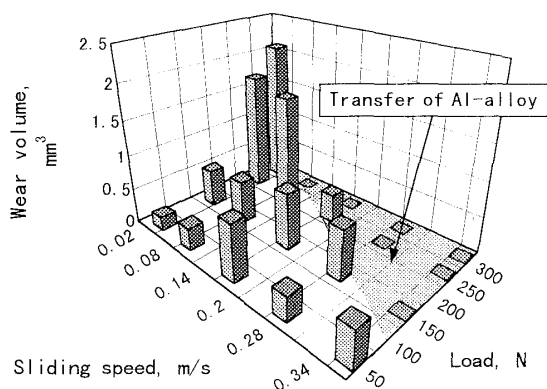


Fig. 5 Change in wear amount with load and sliding speed (Test specimens: DM 5)

示す。いずれもすべりの進行に伴って不規則な変動を生じているが、平均値にはTiN膜の効果が明らかに認められ、30%近く摩擦が低減されていることがわかる。

4.3.2 摩耗量 すべり距離に対する、各種改質を施したブロックの摩耗量の変化を図6に示す。いずれの改質面も、今回の実験範囲ではほぼ直線的に摩耗量が増加しており、この結果から算出した、各改質面の比摩耗量を、表4に示す。

非改質試験片UM-0の比摩耗量は $8.6 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ でかなり大きい。この値を基準に比較すると、IP-2ではその65%程度にとどまっているが、GN-0とIP-5では、14~12%まで低下し、DM-2およびDM-5では非改質面の5%前後、比摩耗量にして $(0.52 \sim 0.37) \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ となって、大きな摩耗

Table 3 Measured friction coefficients

Specimens	Friction coefficient	Average
UM-0	0.55~0.72	0.64
GN-0	0.43~0.77	0.60
IP-2	0.38~0.52	0.47
IP-5	0.40~0.57	0.46
DM-2	0.38~0.53	0.45
DM-5	0.34~0.52	0.43

Table 4 Specific wear rates

Specimens	Specific wear rate $10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$	Limiting wear volume of TiN, mm^3
UM-0	8.60	—
GN-0	1.19	—
IP-2	5.80	0.42
IP-5	1.17	1.04
DM-2	0.52	0.48
DM-5	0.37	1.04

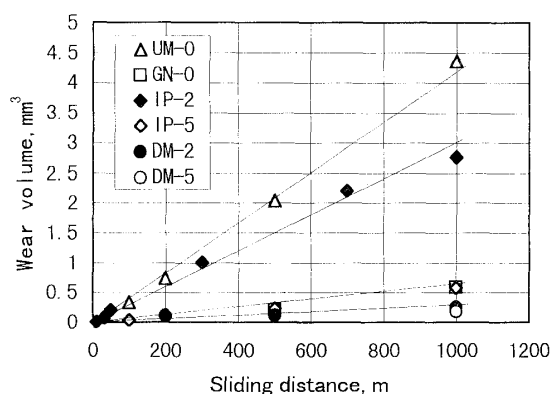


Fig. 6 Progressive wear of surface-treated blocks

低減効果が認められる。

非改質試験片 UM-0 は別として、コーティング膜を有する改質面の摩耗について、図 6 のような直線的な関係が見られるのはいさか奇妙であるが、これは次のような理由による。すなわち、仮にブロックのしゅう動面の摩耗が均一に生じたとすると、TiN が消失する限界摩耗体積は、表 4 に併せて示すようになる。

図 6 を見ると、IP-2 の摩耗量は 200 m もすべらないうちにこの限界を超えてしまい、一方 IP-5、DM-2、DM-5 の摩耗量のデータはすべて、実験範囲でこの限界内にある。後述するように、現実の摩耗はしゅう動面内で必ずしも均一に生じていないが、事実上 IP-2 の結果は基材の摩耗、IP-5、DM-2、DM-5 の結果は TiN 膜の摩耗が支配しており、そのため直線性から大きくはずれなかったものと解釈される。ただし IP-2 の結果においては、TiN 膜が残っているすべり距離 200 m までのほうがむしろ摩耗速度は高くなっているが、その原因は現在明らかでない。

4・3・3 損傷形態 図 7 に、1 000 m しゅう動した後のブロックの損傷状況を示す。また、代表的な損傷の観察例を図 8 に、摩耗粉の写真と、その成分分析例を図 9 に示す。

まず図 7 を見ると、TiN 膜をコーティングした改

質面のうち、DM-5 のみは摩耗痕全面に TiN 膜が残存している。これに対し、IP-5 と DM-2 では部分的に、IP-2 では完全に、TiN 膜が消失している。また、IP-5 と DM-2 を比較すると、前者ではパッチ状に広い面積で基材が露出しているのに対し、後者の基材の露出はすべり方向にそった形で生じていることがわかる。

摩耗痕の観察によると、TiN 膜の主要な損傷形態は次の 2 とおりであった。第 1 は、図 8(a) のほぼ全面、および(c)の矢印部の微小な貝殻状のチッピングであって、これは IP-2、IP-5、DM-2、DM-5 に共通して認められる。TiN 膜を除膜した後の(a)の様子を同図(b)に示すように、この損傷は TiN 膜内に止まっていて基材には達していない。無潤滑でかつ塑性流動とは無関係に発生する局所的なはく離であって、材料と現象のスケールは異なるが、鉄道のレールのころがり疲れ、シェリング⁶⁾と共通するもののように考えられる。

第 2 は、図 8(c) に示すようなスクラッチ状の損傷であり、IP-2、IP-5 にのみ認められている。この損傷は、まずすべり方向と直角なクラックが数本、滑り方向に並んで局所的に発生し、それを起点として“下流側”に、チッピングよりはずっと大きいはく離が生ずる。(c)の TiN 膜を除膜した後の様子を同図(d)に

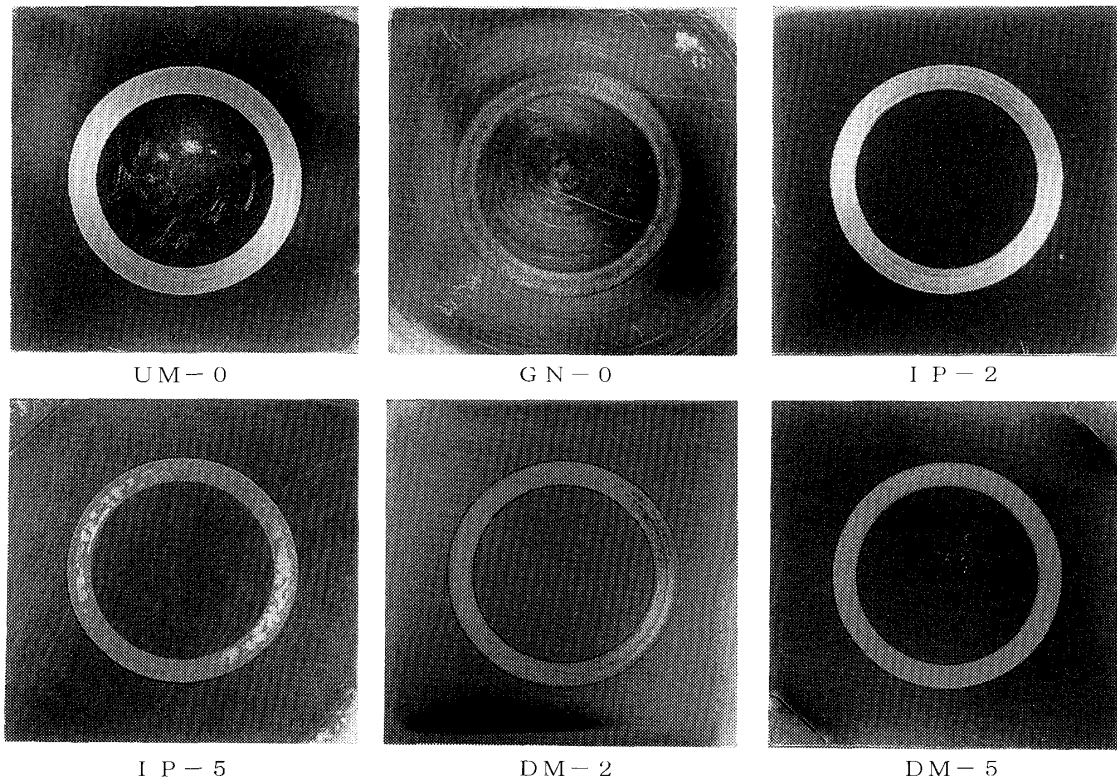
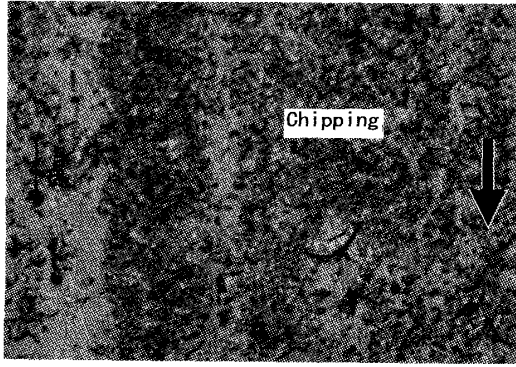
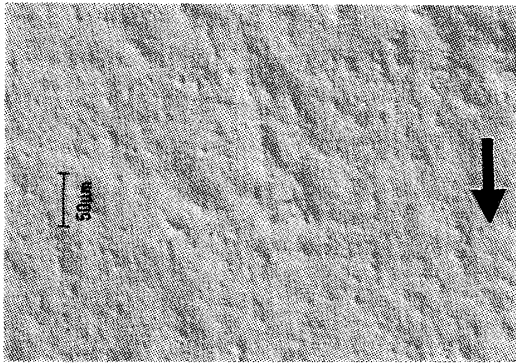


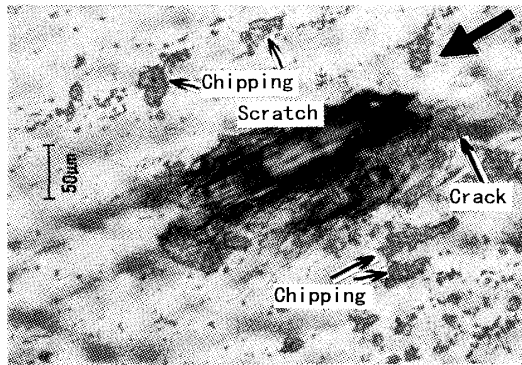
Fig. 7 Wear tracks on surface-treated blocks after slid for 1000 m



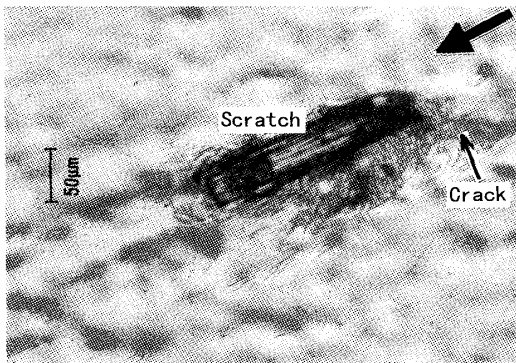
(a) Failure in a wear track on DM 5 after slid for 1000 m



(b) The same area as (a) observed after removing TiN coating

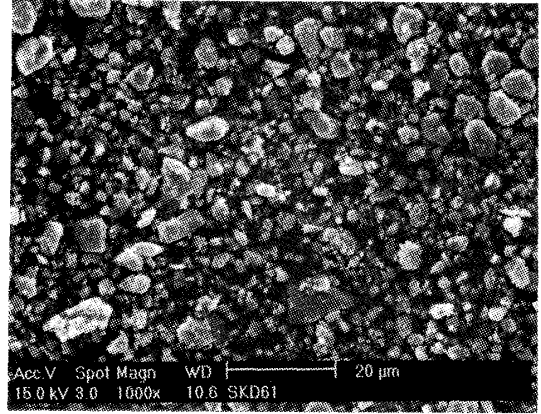


(c) Failure in a wear track on IP 5 after slid for 100 m

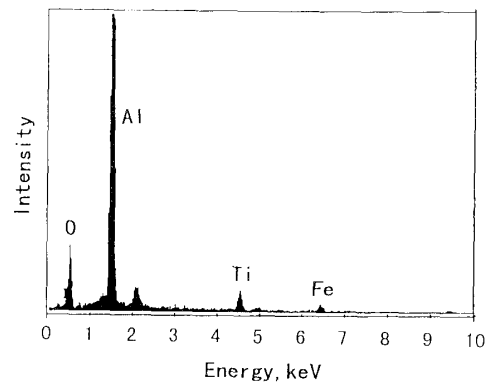


(d) The same area as (c) observed after removing TiN coating

Fig. 8 Examples of failures on surface treated blocks
The arrows indicate the sliding direction.



(a) Scanning electron micrograph of collected debris



(b) EDS spectrum of the debris shown in (a)

Fig. 9 Wear debris in sliding of IP 5 under a load 50 N at a speed 0.04 m/s

示すように、この損傷は多くの場合基材にも及んでいる。

IP 2, IP-5 は DM-2, DM-5 に比べて付着強度が低い
ため、膜と基材との界面にクラックが発生・進展し、
さらに基材の強度が低いために基材内部にも進展し
て、硬質膜を含む比較的大きな離片が生じ、その
アブレイブ作用によってスクラッチを形成した可能
性が高い。一方 DM-2, DM-5 では、TiN 膜の付着
強度が高いため界面におけるクラックの発生・進
展は起こりにくく、さらに窒化層の強度が高いた
め、スクラッチ状の損傷は起きなかったものと考
えられる。なお基材の強度の影響は、図 6 の UM-0
と GN-0 の摩耗量の違いにも明瞭に現れている。

硬さの測定結果から推定されるように、IP-5 と
DM-5 における TiN 膜自体の硬さはほとんど違
わない。これは両者が同一のプロセスによって
コーティングされているためであり、したがって
これら TiN 膜の機械的性質は、基材の窒化層の
有無にあまり影響されていないと推定される。
この推定が正しければ、チッピングによる摩
耗は共通していて、スクラッチ状の

損傷の発生が、IP-5とDM-2, DM-5の摩耗量の違いを生じたものと考えられる。

なお図9に、IP-5を試験片としたときの摩耗粉を代表例として示すように、4・2節でも述べたとおり摩耗粉は多量のアルミニウムを含んでおり、硬質粒子と考えられるアルミニウム酸化物が主体であるが、アプレシブ摩耗の特徴である平行な条痕はほとんど認められなかった。アルミニウム酸化物の硬さは様々であるが、例えば焼結砥粒の性状として発表されているアルミナの例⁽⁷⁾によると、ヌーブ硬さで1370~2220であって、上に推定したTiN膜のピッカース硬さHV2500をやや下回っている。今回の系でアプレシブ作用がほとんど生じなかったのは、このためと解釈される。

4・3・4 TiN膜の付着強度 最後に、IP-2, IP-5とDM-2, DM-5の間の、TiN膜の基材への付着強度の違いについて考える。

スクラッチ試験にしてもしゅう動試験にしても、それらの条件下における膜のはく離に対する抵抗は、厳密な意味での界面の付着強度と、界面がおかれる力学的な条件との相対関係でできる。

IP-2, IP-5とDM-2, DM-5との違いは窒化層の有無である。これはまず、基材に硬さの違いを生じている。図2に見られたように、IP-2, IP-5の基材のピッカース硬さはUM-0のHV450, DM-2, DM-5のそれはGN-0のHV1130程度であり、改質材の測定値は測定荷重の増加とともにこれらの値に近づいていくものと思われる。また、窒化層には圧縮の残留応力の存在が認められている⁽²⁾。さらに、SKD61にはクロムをはじめとする合金元素が含まれている。それらが窒化物をつくっていれば、例えばCrNは、TiNと同じNaCl型の結晶構造であり、ICDDデータベースより、格子定数も4.14 Å(ファイル番号:11-65)とTiNの4.24 Å(同:38-1420)に近く、TiN膜との界面における結晶構造の違いに基づく不連続性が部分的に弱められ、内部応力を緩和している可能性がある。

用いた改質における界面の付着力自体の違いは不明であるが、力学的な条件として、スクラッチ試験において界面に働く応力を考えると、これは(i)押し込みによる応力、(ii)膜の内部応力、(iii)摩擦による応力の三成分からなっている⁽⁸⁾。いま述べたIP-2, IP-5とDM-2, DM-5との違いによって、いずれの成分も小さくなることは明らかで、それがスクラッチ試験結

果に見られた差の大きな原因になっていると思われる。現象のスケールが違うため直接量的な比較は適当でないが、しゅう動試験における界面の挙動の違いも、定性的には同じ原因によるものと考えられる。

5. 結 言

無潤滑塑性加工工具への適用を目的として、窒化とTiN膜コーティングの複合表面改質を施した合金工具鋼の、無潤滑におけるアルミニウム合金とのしゅう動試験を行い、以下の結果を得た。

(1) 大気中の無潤滑しゅう動において、荷重とすべり速度により、アルミニウム合金の移着層を生じる領域と、摩耗が進行する領域とが存在する。

(2) 摩耗領域における摩擦係数は、TiN膜コーティングによって30%程度低下する。

(3) 摩耗領域における比摩耗量を非改質材と比較すると、TiN膜コーティングのみでも1/7程度になるが、複合表面改質によって1/20に減少した。

(4) TiN膜の摩耗は、ころがり疲れに類似した特徴をもつ微小なチッピングと、それより規模の大きいスクラッチ損傷によって進行する。スクラッチ損傷は、膜と基材の界面を進展するクラックおよび基材内部へ進展するクラックに起因する膜のはく離によるもので、膜の見かけ上の付着強度が高くかつ、基材内部へクラックが進展しにくい複合表面改質材では発生せず、これが摩耗の低減をもたらした主要な原因と考えられる。

終わりに、本実験の遂行にあたり御協力いただいた富山県立大学大学院学生の田中克典君に感謝の意を表します。

文 献

- (1) 安丸尚樹, あたりあ, 35-9(1996), 969-975.
- (2) 塩澤和章・ほか5名, 機論, 64-628, A(1998), 168-175.
- (3) Hummer, E. and Perry, A. J., *Thin Solid Films*, 101(1983), 243-251.
- (4) 日本機械学会基準, ドライコーティング膜の欠陥評価試験法, JSMES 010(1996), 6-10, 日本機械学会.
- (5) Burnett, P. J. and Rickerby, D. S., *Thin Solid Films*, 54(1987), 403-416.
- (6) 例えば, 滝長彦・ほか6名, トライボロジスト, 39-8(1994), 727-741.
- (7) 精密工学会編, 新版精密工作便覧, (1992), 289, コロナ社.
- (8) Burnett, P. J. and Rickerby, D. S., *Thin Solid Films*, 157(1988), 233-254.