

超音波加振を用いた 硬質皮膜のギガサイクル表面疲労強度評価法の開発

同志社大学 理工学部 機械理工学科
准教授 中村 守正
(平成 29 年度 一般研究開発助成 AF-2017037)

キーワード : DLC, 表面疲労, 超音波

1. 研究の目的と背景

機械部品には切削加工, 塑性加工, 鋳造など種々の製造方法が適用されている. その中でも, 近年の加工シミュレーション技術の発展や金型形状の高精度化, プレス機械の高性能化に加えて, 材料の歩留まりが良好であることから, 鍛造加工による機械部品の製造が進んでいる. しかしながら, 加工に用いる金型においては, 材料との接触面においてダレやヘタリ, 割れ, 疲労破壊, 摩耗などといった種々の複雑な損傷が生じ¹⁾, 部品の形状精度に影響を及ぼす. そのため, 金型寿命の予測方法や, 可能な限り金型寿命を延長することが望まれている.

その方策の一つに, 材料との接触部表面に対する表面改質処理がある. しかしながら, 金型と材料との接触部表面は部品形状が転写されており一般に 3 次元的に複雑な形状をしていることが多い. そのため, 接触部表面の形状精度を阻害しないようにしなければならない. また, 材料と金型の接触の際には高負荷や大きな滑り速度が生じるだけでなく, 焼付きや凝着摩耗といった異常摩耗が生じやすい極めて過酷な環境であるといえる. 金型には, このような損傷を防止できるような表面処理方法を適用する必要がある.

このような要求に対応可能性のある方法の一つに, ドライコーティング技術がある. ドライコーティングは, PVD (Physical Vapor Deposition, 物理蒸着法) と CVD (Chemical Vapor Deposition, 化学蒸着法) の大きく 2 つの手法に分けられ, いずれも高真空中において硬質皮膜を材料表面に形成するものである. ドライコーティングでは, 高真空中で極めて小さな微粒子を金型表面に直接堆積させ厚さ数百 nm ~ 数 μm 程度の皮膜を形成する. 膜厚のオーダーが小さいので, 金型表面形状精度を阻害しにくい. また, 皮膜形成時のガス流量, 真空炉内のガス圧, 温度といった種々の皮膜形成条件を調整することにより, 皮膜の硬さや密着性を容易に変化させることができる.

ドライコーティングの中でも, 近年機械部品のしゅう動部への適用などで注目されているものの一つに DLC (ダイヤモンドライクカーボン) 膜がある. DLC 膜は, 低摩擦特性と高硬度による耐摩耗性を併せ持つという, しゅう動用高機能材料として優れた特性を有し, また硬さやヤング率といった力学的特性だけでなく電気的特性などを広範に変化させることができるということも, もう 1 つの特

徴である²⁾.

しかしながら, DLC 膜の密着性や寿命についてはまだ十分な調査が進んでいない. 特に, 大きな面圧が生じた状態で繰返し押付けられたり滑ったりといった極めて過酷な環境下では, 適用が進んでいない. また, 高面圧が生じた状態で硬質皮膜の強度を評価する方法についても検討が不十分である.

そこで我々は, 硬質皮膜を形成した試験片に球圧子を繰返し押付ける方法を考案し, これを繰返し押付け試験法と呼び, 試験方法の確立に取り組んできた. そのうちの 1 つに, 超音波加振を用いて極めて高い周波数で繰返し押付けを行う試験法を考案した. 超音波加振を用いれば, ギガサイクルといった極めて多い繰返し回数の試験をも数時間で行うことができる.

本研究報告では, この超音波加振技術を用いた繰返し押付け試験法について, 開発した試験機の詳細と, これを用いた DLC 膜の評価結果について述べる.

2. 実験方法

2.1 超音波繰返し押付け試験機

図 1 に, 開発, 製作した超音波繰返し押付け試験機を示す. 本研究では, 1 号機, 2 号機の 2 台を開発, 製作したが, 図 1 は 2 号機のものである. 1 号機は, 市販のハンドプレス機(アズワン(株)製, MP-001)を改造して製作した. 一方 2 号機は, 超音波振動発生に関わるもの以外の全ての部品を自作し組み立てた. 超音波振動発生のため, ボルト締めランジュバン型超音波振動子 ((株)富士セラミックス製, FBL28302SSF-FC) を組み付け, コントローラ ((株)メステック製, ピエゾコントローラ M-5107, ピエゾドライバ M26109B) で動作させた.

振動子には, 振幅を拡大するためのホーンを設計, 製作し, 取り付けた. ホーン形状にはキャテナノイダルホーン, ステップホーン, エクスポネンシャルホーンといったものが代表的に存在する. 軸方向への変位を大きくしやすく, かつ加工性の観点から, 本研究ではステップホーンを採用した. 3 次元 CAD ソフトウェアの一つである AUTOCAD の CAE 解析機能を用いて周波数解析を行うことで, ホーンの共振周波数を調べた. 図 2 は, 共振周波数 28.8 kHz の時のホーンの軸方向変位の様子を示す. おおむね想定どおりの周波数において, ホーンが軸方向に大きく振動し,

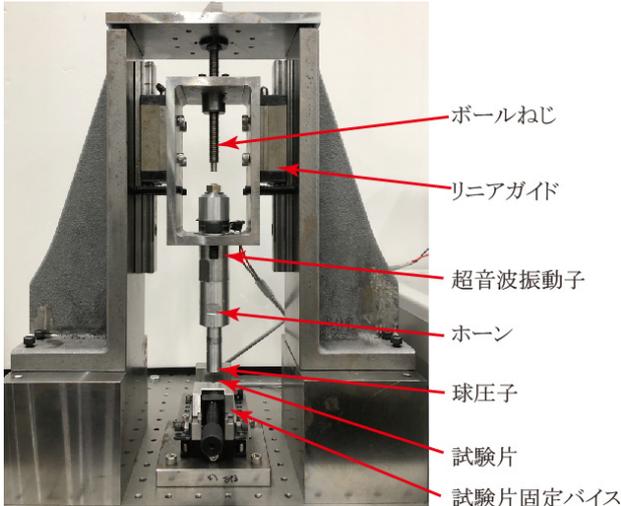


図1 ランジュバン型超音波振動子を用いた繰返し押付け試験機の外観

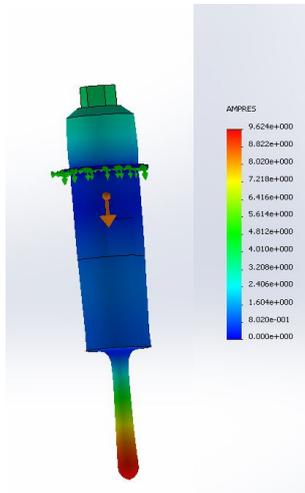


図2 CAE解析によるホーンの軸方向変位

軸方向に約 10 μm もの大きな変位が生じていることがわかった。同様の解析を行うことで、設計したホーンの軸方向変位を確認した後でホーンを製作した。

2・2 ホーンの軸方向変位測定

製作したホーンを取り付けた振動子を駆動させ、レーザードップラ型変位計 ((株)小野測器製, LV-1710) を用いてホーン先端の軸方向変位を測定した。振動子を加振させる条件として、電圧、周波数を変化させた。表1に加振条件を示す。繰返し押付け試験時は、ホーン先端に球圧子を取り付ける。そのため、ホーンと同じ A2017 を用いて製作したナットを用いる。軸方向変位測定時の変位計のレーザ照射位置は、そのナットの端面とした。

表1 加振条件

加振パラメータ	値
電圧, V	27, 36, 40
周波数, kHz	10, 20, 30, 40

2・3 DLC膜を形成した試験片

押付け試験に供する DLC 膜は、アンバランスドマグネトロン (UBM) スパッタ法 ((株)神戸製鋼所製, UBMS202) により形成した。基板は寸法 20 × 20 × t6 [mm] の SCM415 製であり、浸炭焼入れ、焼戻しの後、皮膜形成面にラッピング加工を施した。表面硬さは約 58 HRC であった。DLC 膜形成前に、SCM415 基板をアセトン、ヘキサン、アセトン液中でそれぞれ 10 分間の超音波洗浄により脱脂した。脱脂洗浄後 UBM スパッタ装置の真空チャンバに導入した。チャンバ内圧力を 1.0×10^{-3} Pa に排気した後、DLC 膜形成プロセスを開始した。形成プロセスは、ヒータ温度を 400 度に設定して加熱の後、タングステン (W) フィラメントへの放電電流を 5.0 A、基板バイアス電圧を -50 V に設定し、チャンバ内圧力が 0.13 Pa になるようアルゴン (Ar) を流入させた条件でプラズマを発生させ、Ar イオンエッチング処理を施した。この後、Ar とメタン (CH₄) をそれぞれ 30, 1.5 sccm の流量で導入して金属クロム (Cr) とグラファイト (C) ターゲットの Ar イオンスパッタリングにより Cr/C 傾斜組成中間層を形成した後、DLC (a-C:H) 膜を形成した。DLC 膜形成プロセスを開始した。表 2 に、DLC 膜形成条件を示す。DLC 膜形成条件として変化させることができるパラメータには様々なものがあるが、そのうち今回は DLC 膜の硬さやヤング率といった力学的特性を大きく変化させることができるとこれまでに把握している基板バイアス電圧を 0 V, -200 V の 2 水準とした。一方、ガス流量については流量を下げてガス圧力を低下させると硬い DLC 膜が形成できることを、これまでに確認している。

形成した DLC 膜は 2 層構造になっている。膜厚は試験片の断面 SEM 観察により測定し、Cr/C 傾斜組成中間層は同一条件で形成しているため約 0.47 μm 、DLC 膜の膜厚はバイアス電圧 0, -200V で形成した場合はそれぞれ 0.93, 0.78 μm であった。

2・4 DLC膜形成試験片への超音波繰返し押付け試験

2・3 節で述べたホーンの変位測定結果を考慮して決定した振動子の駆動条件で、振動子を加振させて DLC 膜に対する繰返し押付け試験を行った。繰返し押付け試験では、ホーン先端に $\phi 10$ mm の窒化ケイ素 (Si₃N₄) 球を取り付けて DLC 膜形成基板に押付けた。押付け回数は、超音波加

表2 DLC膜形成条件

パラメータ		Cr / C 傾斜組成中間層	a-C:H 層
スパッタ電力, kW	Cr	1.5 → 0.0	0.0
	C	0.0 → 3.0	3.0
基板バイアス電圧, V		-50	0, -200
ガス流量, sccm	Ar	30.0	
	CH ₄	1.5	
温度, K		673	
時間, min.		44	273

振開始から終了までの時間で制御した。

繰り返し押付け試験後、DLC 膜表面にできた圧痕の SEM 観察、EDX 組成分析により、押付け試験結果について考察した。

3. 結果と考察

3・1 振動子固定ボルトの締め付けトルクが振動に及ぼす影響

試験機に振動子を取り付ける際、M10 のボルトを用いて試験機のフランジ部を締め付ける。このボルトの締め付けトルクによって、共振周波数やホーンの軸方向変位が変化する可能性があるため、このことについて調査した。

周波数は振動子の共振点である 27 および 40 kHz とし、電圧は 22.3 V とした。締め付けトルクは、6.0, 10.0, 14.0, 18.0 N・m とした。図 3 (a), (b)に、それぞれの締め付けトルクでの振幅の測定結果を示す。この結果から、締め付けトルクが大きいほど振幅は小さくなっている。低トルクで締め付けた時に振幅が大きくなるのは、締め付けトルクが低いとボルトのねじ山とねじ溝の間のすき間の影響を受けるためと考えられる。振幅は 18.0 N・m 以上の締め付けトルクではほとんど変わらなかった。このことから、ボルトの締め付けトルクを 18.0 N・m と決定した。

次に、振動子を動作させる周波数と電圧を決定する。振動子の周波数を変化させ、振幅を 2.3.1 節で述べたのと同じ方法で測定した。共振周波数を 27, 36, 40kHz の

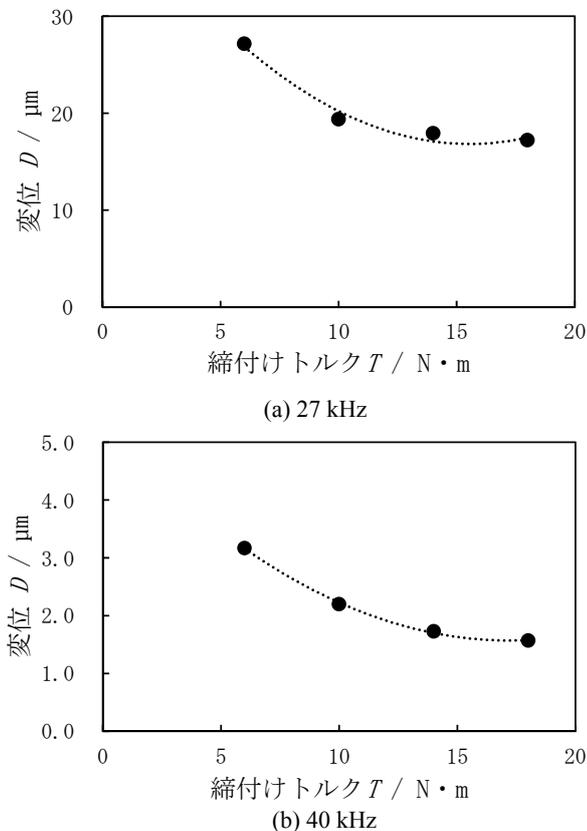


図 3 固定ボルトの締め付けトルクによる振幅の変化

3 水準で振動させた時の振幅の変化を図 4 (a)~(c)に示す。27 kHz では、振動子の軸方向変位以外に、大きい周波数の振動も発生していた。これは、振動子を固定するのに締め付けたボルトのバックラッシュの影響を受けたことに原因の可能性がある。また、周波数の増大に伴って振幅は小さくなるのがわかる。実験に要する時間を短縮するためには、可能な限り高い周波数で実験を行いたい。しかしながら、40kHz では振幅が 1 μm 程度と小さく、膜厚が数 μm 程度であることを考慮すると、振幅が 6 μm である 36kHz で動作させることが最も好ましいと考えた。

3・2 加振条件によるホーン先端変位の変化

図 5 (a)~(d)に、超音波振動子の加振条件を変化させて測定した、ホーン先端の軸方向変位を示す。30V までは、

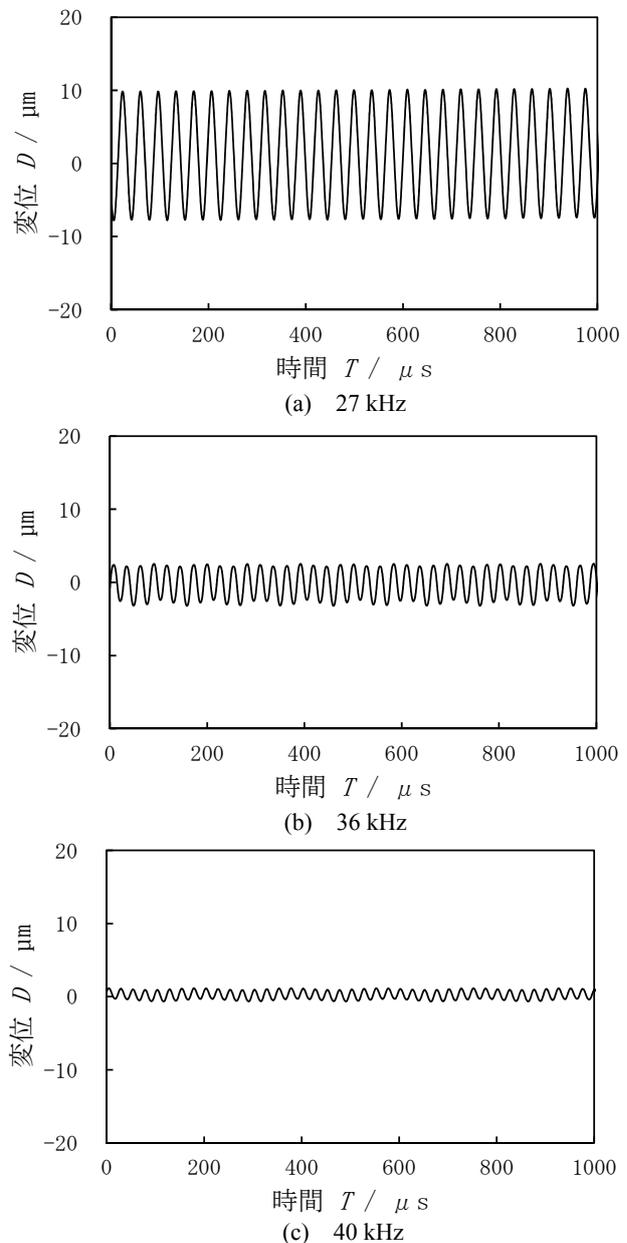


図 4 共振周波数によるホーンの振幅の変化

電圧の増加とともに大きな振幅を得ることができた。しかしながら、30V 以上では振幅が大きくなる変化しなかったため、30V で振動子を動作させることにした。

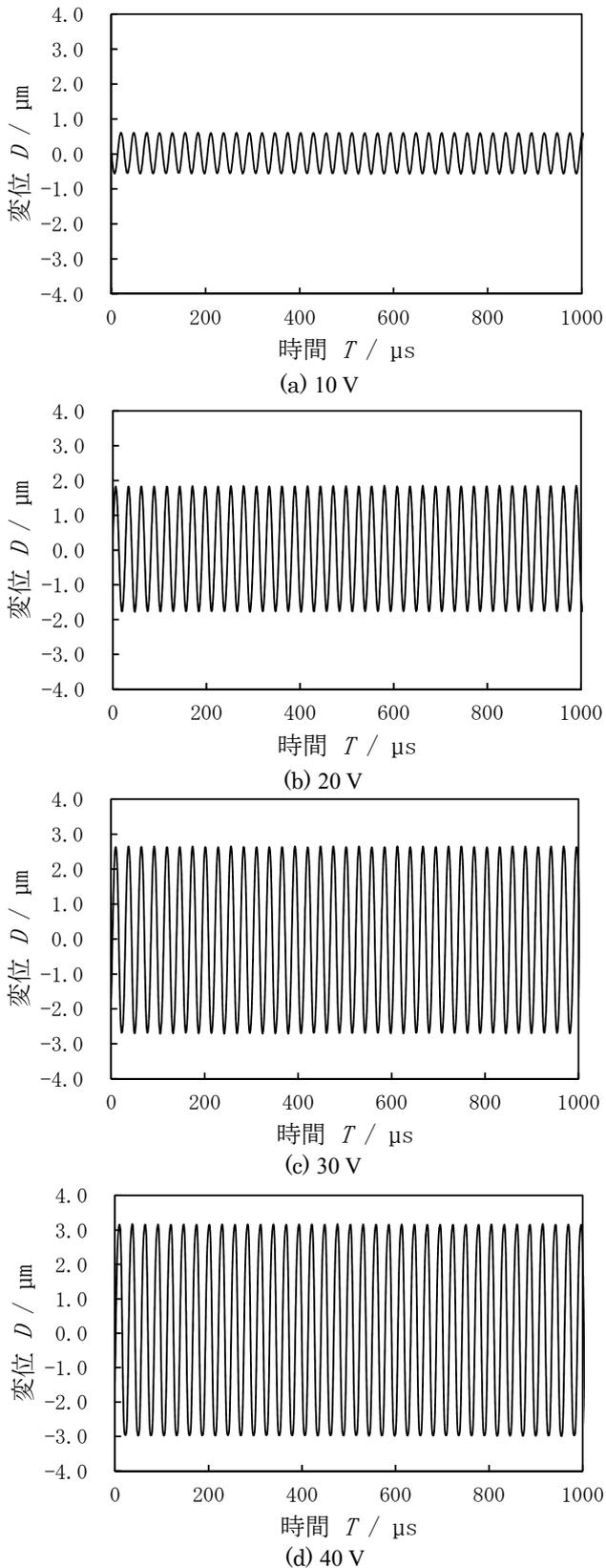


図5 加振条件によるホーン先端の軸方向変位の変化

3・3 繰返し押付け試験による DLC 膜の損傷

3・1, 3・2 節のようにして決めた条件で振動子を動作させて DLC 膜形成試験片に対して繰返し押付け試験を行った。図 6 (a), (b) に、繰返し押付け試験後に DLC 膜表面にできた圧痕の SEM 像を示す。押付け回数はそれぞれ約 2.0×10^7 , 4.3×10^7 , 6.5×10^7 回としたが、ここでは代表として 6.5×10^7 回のものを示す。一連の観察から、DLC 膜の種類にかかわらず、押付け時間の経過とともに、DLC 膜が損傷していることがわかった。また、損傷の形態が異なっているように見える。0V で形成した DLC 膜は全体に摩耗し皮膜が薄くなったように見えるのに対して、-200V で形成した DLC 膜は全体的に皮膜がはく離しているように見える。低電圧よりも高電圧で DLC 膜を形成する方が高硬度の皮膜になることがこれまでの取り組みか

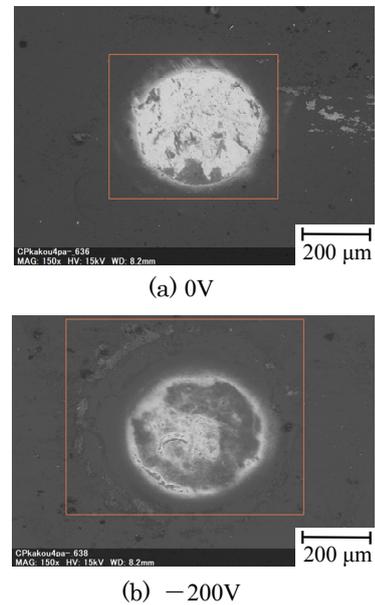


図6 繰返し押付け試験後に DLC 膜表面にできた圧痕の SEM 像

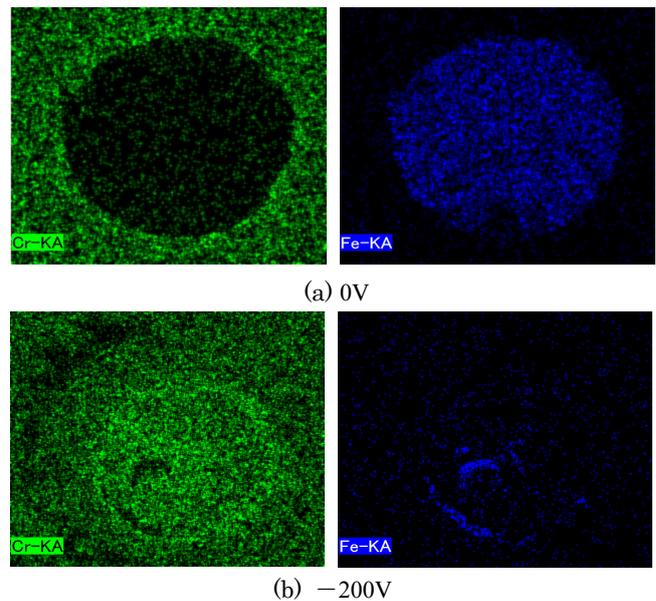


図7 損傷 DLC 膜の元素マッピング画像

らわかっている³⁾。このことから、皮膜の損傷に至るメカニズムが今回の2種類のDLC膜で異なるものと考えられる。

図7(a), (b)は、約 6.5×10^7 回の繰返し押付けによって損傷したDLC膜のエネルギー分散型X線分析(EDX)を行って得た、検出元素のマッピング画像である。0Vで形成したDLC膜の圧痕からは、 6.5×10^7 回の試験を行ってきた圧痕からは 2.0×10^7 , 4.3×10^7 回の押付け試験後には少なかった鉄(Fe)が多く検出されていた。一方、-200Vで形成したDLC膜の圧痕からは、試験時間の増加とともにクロム(Cr)の検出が増加している。また、特に30分間の試験後の圧痕内部の一部において、Feが多く検出されている。この部分では、基板の上の皮膜が極めて薄い、あるいは消失して基板が露出していると考えられる。

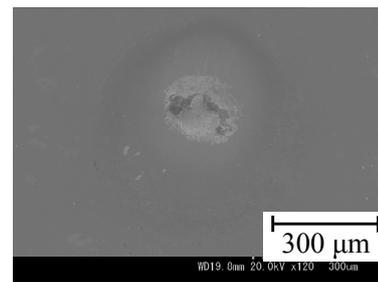
バイアス電圧の違いによって特性が異なるDLC膜に対して、時間を定めて行った押付け試験でできた圧痕における元素の検出量が異なっていた。このことから、DLC膜が消失しその下にあるCr/C傾斜組成中間層やSCM415基板が露出するまでのメカニズムが異なることが推測される。0Vで形成したDLC膜の場合は低硬度であるため、球圧子の繰返し押付けにより生じた圧痕側面部分での滑り接触により摩耗が生じ、全体に皮膜が薄くなっていくものと推測される。一方、-200Vで形成したDLC膜は高硬度であるため、圧痕側面で生じる滑り接触に対しても0Vのものに比べて摩耗しにくいことが予想される。一方、滑り接触部分の表面より深い位置では、滑りに伴うせん断応力が生じる。このため、皮膜と中間層、中間層と基板の界面、さらには界面だけでなく各層内部において例えば欠陥が存在する部位からき裂が生じ、それが表面に進展した場合には皮膜のはく離となって観察されると思われる。このことにより、-200Vで形成したDLC膜においては圧痕内部におけるはく離が生じたものと考えている。

今後の改善点の1つとして、圧子して用いた球が損傷してできた粒子の圧痕上における残存量を低下させることである。圧痕の外周部分においてケイ素(Si)が検出されていたことから、圧子の球が粉碎、あるいは摩耗してできた粒子が存在していると考えられる。この理由として、ステップホーンの先端部分が細いために、たわみ、試験片面内で運動していることが考えられる。このような運動を抑制する必要がある。これを実現する手段の1つとしてステップホーンの直径を大きくして設計することを考えている。ホーンの直径は、ランジュバン型振動子のホーン接合部の直径に依存して決まるものと考えていたが、接合部の直径を振動子の直径よりも大きくして剛性を高めたホーンを現在設計、製作中である。このホーンを用いて軸方向に振幅を発生させることができれば、ホーンのとわみを抑制できると考えている。

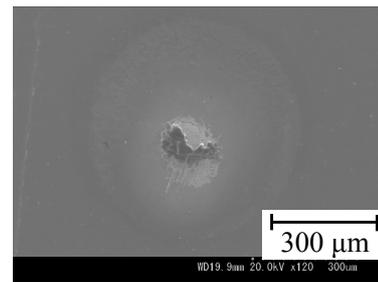
3・4 低周波数の繰返し押付け試験結果との比較

これまでに著者は別の研究テーマの1つとして、インバータモータを用いて運動を実現した繰返し押付け試験法の開発にも取り組んできた。そこで、今回の超音波振動子を用いた試験の結果とインバータモータによる結果とを比較した。

図8は、インバータモータを用いた繰返し押付け試験後のDLC膜表面にできた圧痕のSEM像である³⁾。図6の超音波振動子を用いた試験の結果と比較すると、圧痕の形状自体は概ね円形であり大きな差は見受けられない。圧痕の大きさの差は、インバータモータを用いた場合は押付け回数10000回で圧痕の大きさは直径約500 μm であった。

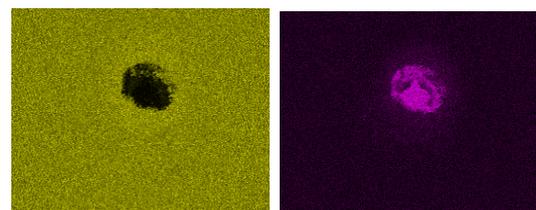


(a) 0V



(b) -200V

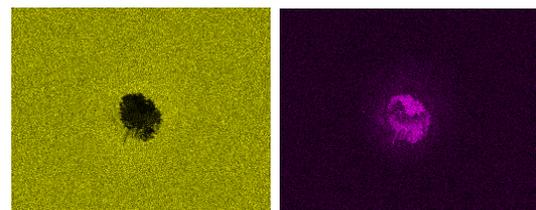
図8 インバータモータを用いた繰返し押付け試験後の圧痕のSEM像³⁾



Cr

Fe

(a) 0V



Cr

Fe

(b) -200V

図9 インバータモータを用いた押付け試験でできた圧痕の元素マッピング画像

一方、超音波振動子を用いた場合は、約 6.5×10^7 回の押付け後にできた圧痕直径は約 $400 \mu\text{m}$ であり、インバータモータを用いた場合の方が大きかった。図 9 はインバータモータを用いた押付け試験によってできた圧痕の EDX による元素マッピング画像である。検出元素についてもほぼ同様であることがわかる。したがって、今回開発した超音波振動子を用いた繰返し押付け試験ではより短時間でより多くの回数の押付けが可能であるといえる。

今後の予定として、圧痕に対するラマン分光分析を行い、DLC 膜の構造変化と押付け回数との関係、DLC 膜の構造変化と DLC 膜損傷の関係について調査する予定である。

4. まとめ

本研究では、ランジュバン型超音波振動子を用いた硬質皮膜の繰返し押付け試験機を設計、製作し、実際に DLC 膜に対する押付け試験を行った。その結果をまとめて、以下に示す。

- (1) ランジュバン型超音波振動子の発振安定性は、振動子を装置に取り付けるために用いるボルトの締付けトルクに大きく影響を受けることがわかった。
- (2) 超音波振動子に取り付けたホーン先端の軸方向変位の大きさは、振動子に印加する電圧と共振周波数によって制御できることがわかった。
- (3) 超音波振動子を用いた繰返し押付け試験によって、

低い基板バイアス電圧で形成した DLC 膜と高電圧で形成したものとでは、損傷モードが大きく異なることがわかった。

- (4) 超音波振動子を用いた繰返し押付け試験の圧痕とインバータモータを用いた場合の圧痕を比較したところ、圧痕の大きさや損傷モードに大きな差は見受けられなかった。このことから、より早く試験を終了できる超音波振動子を用いた試験法の優位性を確認できた。

今後、超音波振動子を用いた押付け試験でできた圧痕に対してラマン分光分析を行い、DLC 膜構造と損傷モードの関係を調査する予定である。

謝 辞

本研究は、公益財団法人天田財団の平成 29 年度一般研究開発助成 AF-2017037 を受けて実施したものである。ここにこれを記し、深甚の謝意を表します。

参考文献

- 1) 前田雅人：ぷらすとす，2-19 (2019)，407.
- 2) 中村守正：メカニカル・サーフェス・テック，008 (2012)，24.
- 3) 中村守正・高川祐加・山添竜輝・三浦健一・小島淳平：塑性と加工，60-702 (2019)，203.