

イオン窒化処理したチタン合金の表面改質特性 (第3報)

古谷国夫・日原正彦・斉藤 修

Surface Modification Property of Ion Nitrided Alloy (Part III)

Kunio FURUYA, Masahiko HIHARA and Osamu SAITHO

1. はじめに

チタン合金およびC・PチタンにN₂ガス中でイオン窒化処理することにより、表面にTiNとTi₂Nの複合化合物層が生成され、耐凝着摩耗特性が改善されることは、既に前報¹⁾で報告したとおりである。

PVD, CVD法による工具、金型、機械部品などへのTiC, TiNなどのセラミックス薄膜が優れた機能を発揮し、十分な耐久性や信頼性を有するためには基材との密着性の優れていることが不可欠である。イオン窒化法の場合も最表面の化合物層はセラミックス薄膜であるので同様なことが言える。

薄膜と基材との密着性の評価には種々の方法があり、多くの研究が行われている。その中で、セラミックス薄膜のような硬質膜の密着性の定量的評価法としてはスイスのCSEM社で開発されたスクラッチ試験法が一般的になっている。

そこで、本実験ではイオン窒化処理したチタン合金表面のTiNとTi₂Nの複合化合物層の密着強度をスクラッチ試験機で調べたので報告する。

2. 実験方法

供試材は前回と同様に、表1の化学成分に示すような市販の $\alpha + \beta$ 型チタン合金 (Ti-6Al-4V) および工業用純チタン (C・Pチタン) で、納入時に既に熱間引き抜き、焼なまし処理された丸棒である。

試験片形状はチタン合金およびC・Pチタンの両方とも窒化後、表面に生成されるTiNとTi₂Nから成る化合物層の密着性を調べるために、16mm ϕ × 40mmLの丸棒を直径方向に片側のみ切削加工により2mm削除し、平坦形状とした。この平坦面をスクラッチ試験面とし、1000番のエメリー紙で研磨後、更にバフ研磨により鏡面に仕上げて試験片とした。

表1 供試材の化学組成

Test piece	化 学 成 分 (%)						Ti
	O	N	Fe	C	Al	V	
Ti-6Al-4V	0.18	0.008	0.21	0.033	6.26	4.15	REM.
CP-Ti(TB35H)	0.08	0.007	0.058	0.06			REM.

イオン窒化処理は前回と同様に、陰極試料台をTi製に改良したイオン窒化装置を使用し、試験片をアセトンで洗浄脱脂後、N₂ガス流量を1, 3, 6 l/minと変化させて、850℃, 1000℃の各温度で、6hr, ガス圧1.7 Torr, 99.999%以上の高純度窒素ガスのグロー放電中に行った。温度測定はPR熱電対と赤外線放射温度計の両方で行い、熱電対の測定値を基準にして赤外線放射温度計の値を補正して設定温度とした。

皮膜の密着力評価はCSEM社製のAEセンサー、摩擦力測定器、光学顕微鏡付のREVETEST AMI型自動スクラッチ試験機でおこなった。試験条件は0.2mmR, 120°のダイヤモンド圧子、スクラッチ速度: 10mm/min, 荷重速度: 100N/minでおこなった。臨界荷重(LC)はAEセンサーで検知した信号が急激に増加する時の荷重を剥離臨界荷重とした。しかし、AE信号で検知しにくいサンプルもあるので、摩擦力測定器からの信号(摩擦係数)の変化も参考とするため、本実験ではAEセンサーおよび摩擦力測定器からの信号を同時に記録するようにした。更に、光学顕微鏡でスクラッチ痕跡を観察し、密着力判定の一助とした。

3. 実験結果及び考察

3-1 イオン窒化処理条件と臨界荷重

チタン合金およびC・PチタンにN₂ガス流量、

処理温度を変化させてイオン窒化処理をおこない、TiNとTi₂Nから成る化合物層の密着力について、スクラッチ試験機で調べたスクラッチカーブの一例を図1に示す。

この例はチタン合金を850℃×6hr、N₂ガス流量；3ℓ/minで処理したもので、図の横軸はスクラッチ荷重、縦軸はAE信号の大きさと摩擦力測定器からの信号の大きさを表す。この試料では、AE信号が急激に増加する40N付近が剥離臨界荷重(Lc)である。また、スクラッチ試験により皮膜が取り除かれ、素地の金属面が露出するようになると、摩擦力測定器からの信号が大きく立ち上がり、摩擦係数の増加の様子がわかる。

チタン合金およびC・Pチタン窒化材表面のスクラッチ試験後の痕跡について、スクラッチ方向(荷重の増加方向)に光学顕微鏡で観察した。その結果、スクラッチ面に最初に現れるのは貝殻状に皮膜自身が欠損するCohesiveタイプのダメージ

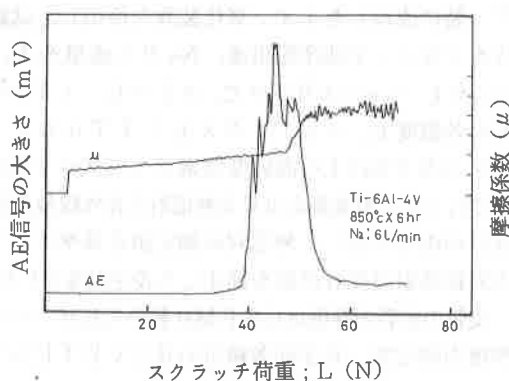


図1 イオン窒化処理したチタン合金のスクラッチカーブの例

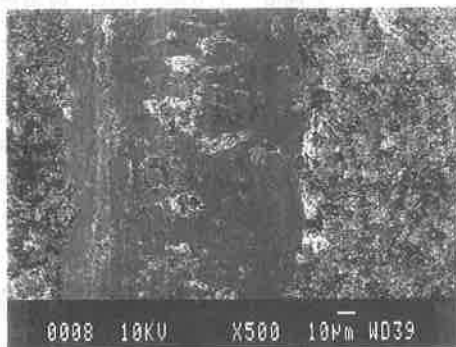


写真1 スクラッチ荷重 50N附近

(写真1)が観察された。さらに荷重が増加するにつれて皮膜と素地の界面で剥離・破壊するAdhesiveタイプのダメージ(写真2)が観察された。

このように皮膜の剥離・破壊モードがCohesiveタイプからAdhesiveタイプへと移行することから、皮膜の密着力は良い³⁾と考えられる。

上記各種処理条件でイオン窒化した試料のスクラッチ試験結果をまとめて表したのが図2である。N₂ガス流量が3ℓ/minから6ℓ/minに増加すると、チタン合金およびC・Pチタンの臨界荷重値は850℃、1000℃処理共に急激に増加する傾向を示した。また、各N₂ガス流量における臨界荷重値はチタン合金の方がC・Pチタンに比べ一段と高く、密着力は大きい。これはC・Pチタン窒化材の基地の硬さがHV190~220に対して、チタン合金のそれはHV360~430と硬く、基地の硬さに依存していると考えられる。

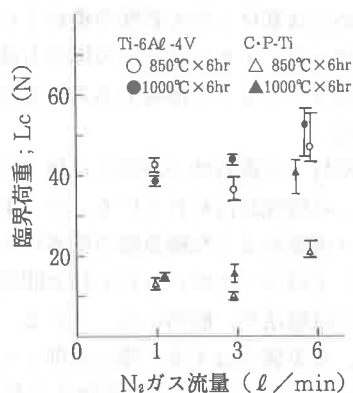


図2 各種処理条件でイオン窒化したチタン合金およびC・Pチタンのスクラッチ試験結果

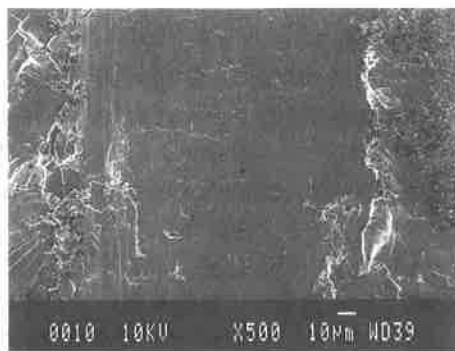


写真2 スクラッチ荷重 60N附近

写真1, 写真2 チタン合金窒化材表面のスクラッチ痕跡のSEM観察例
(イオン窒化処理条件；1000℃×6hr, N₂ガス流量 6ℓ/min)

3-2 皮膜の厚さと臨界荷重

図3はチタン合金における化合物層の厚さ²⁾と臨界荷重の関係を調べたものである。化合物層の厚さと臨界荷重はやや相関性があるように思われ、化合物層の厚い程、密着力が高くなる傾向を示した。この関係を調べた研究は多くみられ、膜厚の厚い程、臨界荷重値が大きいことが報告³⁾されている。

3-3 表面粗さと臨界荷重

イオン窒化処理温度が高い程、表面粗さは大きくなり、臨界荷重に影響を及ぼすと考えられるので、イオン窒化処理前後における表面粗さを測定して、臨界荷重との関係を調べた。処理温度が高くなると表2に示すように、表面粗さはチタン合金、C・Pチタンとも大きくなるが、臨界荷重値(Lc)への影響は特に、見られなかった。

文 献

- 1) 古谷国夫：山梨県工業技術センター研究報告 Vol.3, 56-60 (1989)
- 2) 古谷国夫：山梨県工業技術センター研究報告 Vol.5, 56-63 (1991)
- 3) 表面改質技術委員会ワーキンググループ：被膜密着性評価法 (1980-1990)
- 4) 熊谷 泰：金属表面技術, Vol.37 (1986)

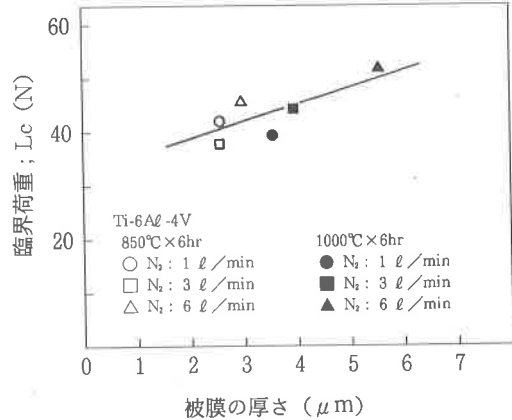


図3 被膜の厚さと臨界荷重の関係

表2 イオン窒化処理前後における表面粗さ

材料の種類	表面粗さ (μm) ; Ra		
	処理前	850°C処理	1000°C処理
Ti-6Al-4V	0.02~0.04	0.19~0.56	0.43~0.53
C・P-Ti	0.03~0.05	0.11~0.53	0.43~0.75