

## 論文

## TiAlN 膜のトライボ特性に及ぼす摩擦環境の影響

仁平宣弘\*<sup>1)</sup> 三尾 淳\*<sup>2)</sup> 渡部友太郎\*<sup>2)</sup> 平谷 智\*<sup>3)</sup>

Effects of frictional environment on tribological properties of TiAlN film

Nobuhiro NIHIRA, Atsushi MITSUO, Tomotaro WATANABE and Satoshi HIRATANI

**Abstract** It is well-known that the titanium based hard thin ceramic films were utilized such as cutting tools, molding dies, sliding parts, because of its reducing effect on the wear. Especially, TiAlN film has high oxidation-resistance at high temperature. Then, recently, clarifying the properties of TiAlN film under the actual environment; without lubrication, in the water, and in the paraffin oil at high temperature, is required. In the present paper, TiAlN films have been prepared by an arc ion plating method, and were tested under various environment with ball on disk tribometer. It was ensured that the oxidation of films and the adhesion of balls were reduced under the liquid environment. However, under the distilled water and water-soluble oil environment, the oxidation of films were increasing as rising the temperature of the liquid.

**Keywords** Frictional environment, Tribological properties, TiAlN film, Arc ion plating

## 1. はじめに

チタン系硬質膜は摩擦係数低減効果を持つため、切削工具、金型、摺動部品などに適用されている<sup>1)</sup>。チタン系硬質膜は PVD または CVD で生成されており、成膜対象が切削工具の場合には、PVD に属するイオンプレーティングが多用されている。イオンプレーティングによって生成されているチタン系硬質膜としては、TiN 膜を主体として TiC, TiCN, TiAlN, TiCrN 膜など多くの膜種がある<sup>2)</sup>。その中でも TiAlN 膜は高温酸化特性が優れているため<sup>3)</sup>、重加工用、ミスト加工用またはドライ加工用工具などへの適用も期待されるなど、需要分野が急激に拡大している。

硬質膜のトライボ特性の評価は無潤滑環境下で行われることが多いが<sup>4)</sup>、コーティング対象物の使用環境は無潤滑とは限らず、水中や潤滑油中の場合も多く、しかも使用中には相手材との摩擦部は室温よりもはるかに高温に達することも予想される。

本研究では、TiAlN 膜について、無潤滑および液体環境におけるトライボ特性を評価し、摩擦環境の影響を検討した。トライボ特性としては、摩擦距離にともなう摩擦係数の測定、皮膜および相手材の摩耗幅の測定、摩擦形態の推察などを行った。なお、液体環境に関しては、試作した加熱機構を用いて液温の影響も検討した。

## 2. 実験方法

基板には市販の超硬チップ(NM12, 12.7×12.7×5mm, 91~92HRA)を用い、コーティング面については予めダイヤモンドによる鏡面研磨を行った。

TiAlN 膜はアークイオンプレーティングによって生成し、ボールオンディスク摩擦摩耗試験機を用いて摩擦距離にともなう摩擦係数の変化を測定した。このときの相手材には直径 6mm のボールを使用した。材種としては、特性のまったく異なる超硬合金と SUS304 について検討した。すなわち、超硬合金は硬質であり、SUS304 は軟質であり摩擦した際に相手に凝着しやすいものである。なお、摩擦摩耗試験時の摩擦条件は表 1 に示すように、負荷荷重は 10N、摩擦速度は 10mm/s および 100mm/s とし、それぞれ 30m および 100m を最終摩擦距離とした。

摩擦環境は、室温(293K)では無潤滑、蒸留水、水溶性切削油および潤滑油基油として用いられるパラフィン油について検討した。また、液体環境における液温の検討範囲は、表 1 に示すように、水系の場合は 293~353K、油系の場合は 293~403K とした。

表 1 摩擦摩耗条件および摩擦環境

膜種	TiAlN	摩擦環境	温度 (K)			
			293	323	353	403
基板	WC-Co					
相手材	SUS304, WC-Co	無潤滑	○	—	—	—
負荷荷重	10 N	蒸留水	○	○	○	—
摩擦速度	10mm/s   100mm/s	水溶性切削油	○	—	○	—
摩擦距離	30m   300m	パラフィン油	○	—	○	○

\*<sup>1)</sup> 精密加工技術グループ \*<sup>2)</sup> 表面技術グループ\*<sup>3)</sup> 芝浦工業大学学生

摩擦摩耗試験後の膜表面および相手材の摩耗幅は光学顕微鏡(OM)によって測定した。膜表面の相手材との摩擦部および無潤滑環境における摩耗粉については、走査型電子顕微鏡(SEM)による観察およびエネルギー分散形X線分光分析(EDS)による元素分析を行い、摩擦にともなう摩耗形態を確認した。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 無潤滑環境における摩耗粉の組成

無潤滑環境においてのみ摩擦摩耗試験終了後に摩耗粉を採取し、SEM 観察および EDS 分析を行った。摩擦速度間の相違はほとんど認められなかったが、相手材の種類によって摩耗粉はまったく異なることが確認された。一例として、図1に摩擦速度が 100mm/s のときに発生した摩耗粉の EDS 分析(点分析)結果を示す。

相手材が超合金の場合、摩耗粉中には皮膜を構成している金属元素である Ti および Al が多量に存在することが分かった。なお、軽元素については、皮膜の構成元素である窒素(N)のピークはほとんど検出されなかったが、X線強度の高い酸素(O)のピークが認められた。以上のことから、このときの摩耗粉は、TiAlN 膜が硬質の相手材との摩擦によって削られ、さらに摩擦熱によって酸化したものであると考えられる。

また、同時に W および C のピークも検出されたが、これらのX線強度は非常に小さかった。相手材である超合金ボールを OM で観察したところ、若干の摩耗痕が観察され、採取した摩耗粉中には少量ではあるが、相手材からの摩耗粉も含まれていることが示唆された。

相手材が SUS304 の場合、摩耗粉中には皮膜の構成元素である Ti, Al および N はまったく検出されないが、相手材の構成元素である Fe, Cr および Ni とその他に O が存在することが分かった。以上の結果から、このときの摩耗粉は、相手材である SUS304 が摩耗し、さらに摩擦熱によって酸化したものであると考えられる。すなわち、相手材が軟質の SUS304 の場合には、今回の摩擦条件の範囲では皮膜はほとんど摩耗せず、相手材のみの摩

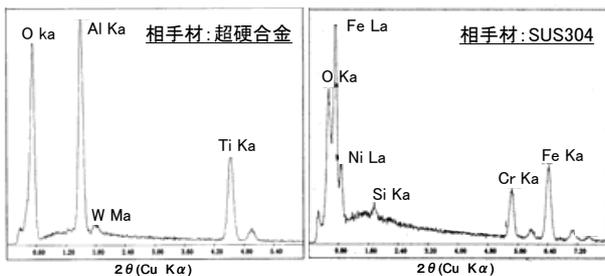


図1 摩擦速度が 100mm/s のときに発生した摩耗粉の EDS 分析(点分析)結果

耗であることが示唆された。

#### 3.2 超合金に対するトライボ特性

図2に摩擦速度 100mm/s, 負荷荷重 10N, 温度 293K のときの種々の摩擦環境下における TiAlN 膜の超合金に対する摩擦係数の変化を示す。摩擦環境が蒸留水, 水溶性切削油およびパラフィン油のときの摩擦係数は、一般的に無潤滑のときよりも低かった。とくに、水溶性切削油およびパラフィン油のときの摩擦係数は 0.1~0.2 位まで低減しており、TiAlN 膜に対する潤滑効果が顕著に認められた。摩擦速度が 10mm/s のときも同様の傾向が得られたが、各摩擦環境における摩擦係数の差は 100mm/s のときよりも小さかった。

無潤滑摩擦摩耗試験後の摩擦面について SEM 観察および EDS 分析したところ、多数の条痕が存在し、しかも多量の O が検出された。このときの無潤滑環境下における皮膜の摩耗は、摩擦によって脱落したドロップレットによるアブレシブ摩耗と皮膜の酸化によるものと考えられ、前述の摩耗粉の分析結果ともよく一致した。なお、ドロップレットとはアークイオンプレーティング特有のもので、図3に示すような成膜時に皮膜表面に生じる粒状突起物のことである<sup>5)</sup>。

皮膜の酸化は相手材との接触部に発生する摩擦熱によ

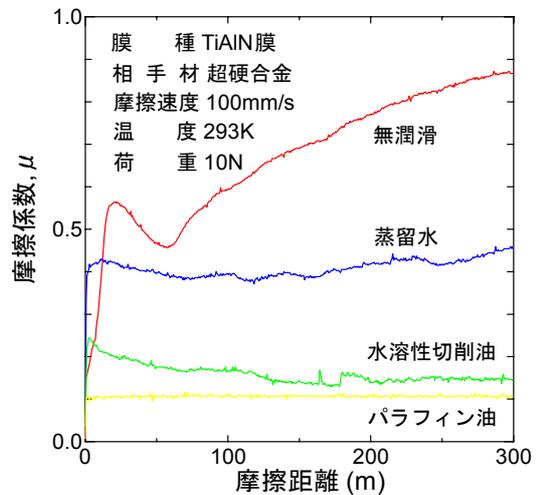


図2 TiAlN 膜の超合金に対する摩擦係数に及ぼす摩擦環境の影響

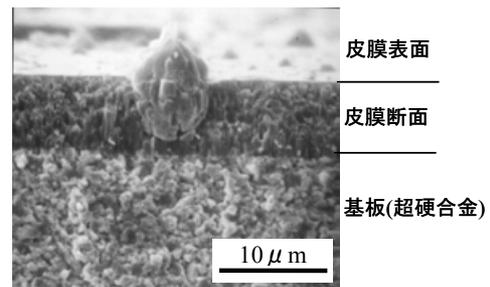


図3 ドロップレットの一例

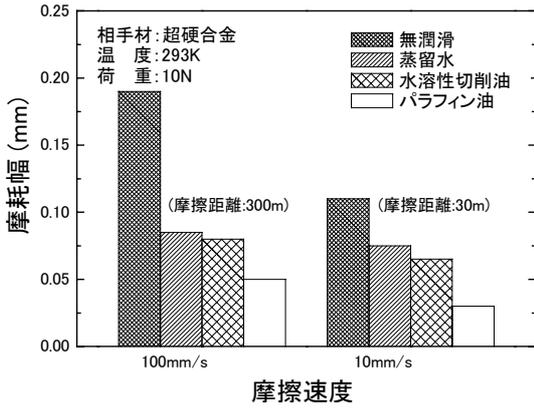


図4 TiAlN膜の摩耗幅に及ぼす摩擦環境の影響

るものであり、摩擦熱の発生は摩擦係数が高いほど大きくなるはずである。そこで、これらの試料について摩擦摩耗試験後の摩耗幅を測定したところ、図4に示すように、皮膜の摩耗幅は摩擦係数と相関性があり、摩擦速度が異なっても、摩擦係数が低いほど摩耗幅も小さかった。

また、無潤滑環境における摩擦係数は摩擦摩耗試験終了時まで徐々に上昇しているが、これは摩耗幅の増加にともなって相手材との接触面積が大きくなり、酸化摩耗が促進されたためと考えられる。

### 3.3 SUS304 に対するトライボ特性

図5に図2と同様の摩擦条件におけるSUS304に対する摩擦係数の変化を示す。この場合も無潤滑環境における摩擦係数は蒸留水、水溶性切削油およびパラフィン油中のときよりも大幅に高かった。しかも、相手材が超硬合金の場合よりも摩擦距離全域にわたって摩擦係数の変動が激しかった。なお、摩擦速度が10mm/sの場合もほぼ同様の現象を呈した。

このときの無潤滑環境における摩耗現象は、摩擦開始の初期段階では皮膜表面に存在するドロップレットによる相手材のアブレシブ摩耗から始まり、その後凝着摩耗に移行するようである。すなわち、図5における無潤滑環境のときの摩擦係数の激しい変動は、摩擦過程において凝着摩耗への移行が急速に進行し、比較的初期段階から凝着摩耗が継続されるためと考えられる。

この摩擦面についてSEM観察したところ、多量の付着物が存在しており、EDS分析によってこの付着物は摩耗粉と同一物質であることが確認された。これらの結果からも、相手材が軟質のSUS304の場合は、摩擦部では皮膜の摩耗よりも相手材の凝着が優先しているといえる。

ところが、摩擦環境が水溶性切削油やパラフィン油の場合には摩擦係数が低だけでなく、摩擦過程全域に渡って変動も小さかった。このことは水溶性切削油やパラフィン油は、相手材がSUS304のように凝着しやすい物質であっても、皮膜の潤滑特性に対して有効に作用することを示しているようである。

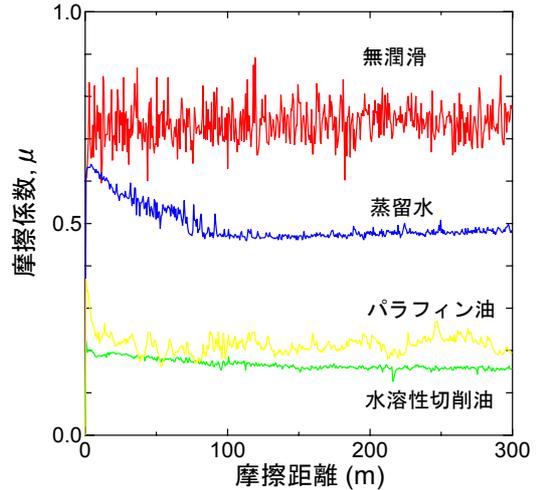


図5 TiAlN膜のSUS304に対する摩擦係数に及ぼす摩擦環境の影響

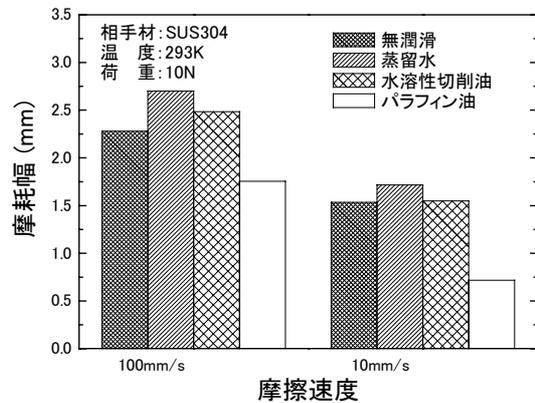


図6 相手材の摩耗幅に及ぼす摩擦環境の影響

図6に摩擦摩耗試験終了後に測定した相手材の摩耗幅を示す。蒸留水および水溶性切削油の環境における相手材SUS304の摩耗幅は無潤滑環境の場合に比べてむしろ大きく、この結果は図5の摩擦係数の変化とは相反するものであった。摩擦環境が蒸留水や水溶性切削油の場合は、凝着摩耗に移行する前に摩耗粉は排出されるため、ドロップレットによるアブレシブ摩耗が促進されるはずである。すなわち、無潤滑環境における凝着摩耗の速度よりもアブレシブ摩耗の速度のほうが大きかったものと推測される。

### 3.4 トライボ特性に及ぼす液温の影響

液体の温度上昇は、粘性低下など室温のときとは異なった現象を招き、この現象は摩擦摩耗特性に多大な影響を及ぼすことが考えられる。そこで、硬質膜のトライボ特性に及ぼす液温の影響を検討するために、液体環境の温度を変化させて摩擦摩耗試験を行った。

図7および図8に、それぞれ摩擦環境が蒸留水と水溶性切削油における超硬合金に対する摩擦係数に及ぼす水温の影響を示す。いずれの環境においても液温が

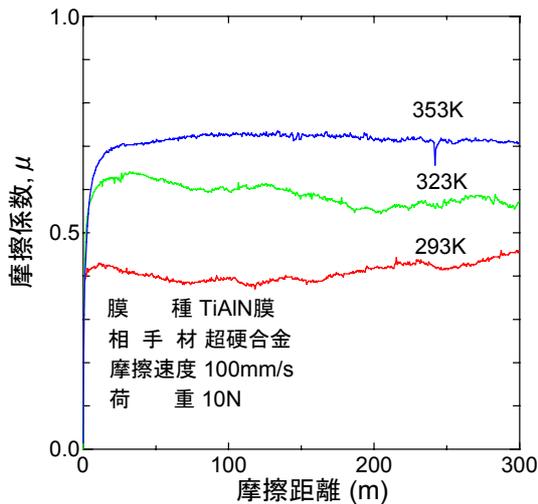


図7 TiAlN 膜の蒸留水中における摩擦係数に及ぼす液温の影響

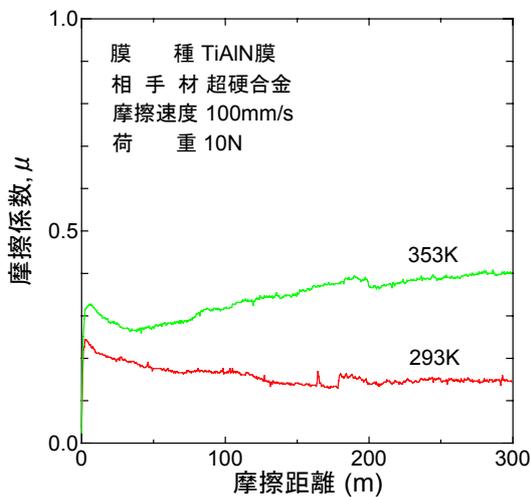


図8 TiAlN 膜の水溶性切削油中における摩擦係数に及ぼす液温の影響

高いほど摩擦係数は上昇することが認められた。そこで、この摩擦係数の上昇原因を解明するために、これらの試料について、摩擦部をEDS分析したところ、液温が高いほど皮膜の酸化が進行していることが判明した。この酸化の原因は、液温が高くなると摩擦部では蒸気膜が発生しやすくなり、摩擦熱の冷却効果が低減したためと考えられる。

一例として、図9に液温 353K における摩耗痕のSEM像とEDS分析によるO元素の面分析結果を示す。293Kにおける摩耗痕の場合はOはまったく検出されなかったが、353Kの場合は明らかにO濃度の高い部分が観察された。また、蒸留水の時よりも水溶性切削油の場合のほうが全般的に摩擦係数は低かったが、これは潤滑効果によるものであり、この傾向は図9の摩耗痕の酸化程度からも予測されるものである。なお、これらの試料の摩耗幅を測定したところ、液温が上昇

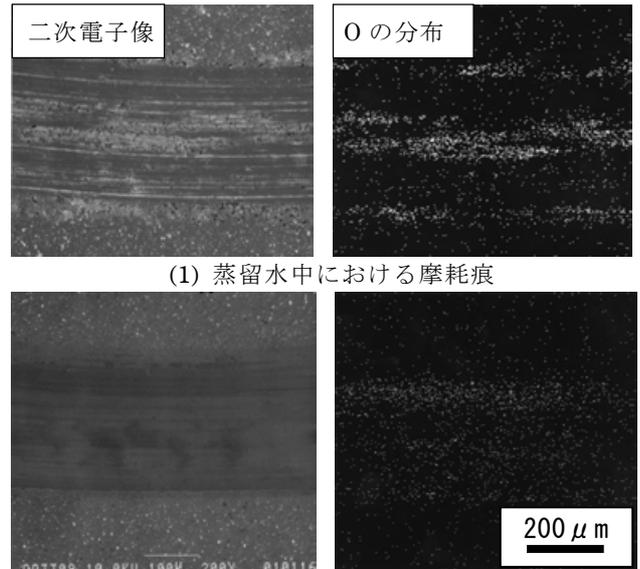


図9 液温 353K における摩耗痕の性状と O 元素の分布(相手材:超硬合金)

すると摩耗幅も大きくなっており、これは摩擦係数の上昇傾向ともよく一致していた。

以上のように、摩擦環境が蒸留水や水溶性切削油のときは、液温の変化は摩擦摩耗特性に明確な影響を及ぼすことが確認された。しかし、相手材が皮膜硬さよりも軟質な SUS304 についても同様の検討を行ったが、今回のようにドロップレットが存在する場合には、アプレシブ摩耗が優先すると考えられ、液温の影響は不明であった。

パラフィン油環境の場合は 403K までの摩擦係数の変化を検討したが、本実験の範囲ではすべての摩擦条件下において摩擦係数は 0.2 以下であり、液温の影響もまったく認められなかった。

#### 4. まとめ

以上の結果から、TiAlN 膜のトライボ特性は摩擦環境や相手材によって大きな影響を受けることが確認された。

また、液体環境では相手材の凝着や摩擦部の酸化は抑制されるが、蒸留水や水溶性切削油環境の場合には、液温の上昇は摩擦にともなう皮膜の酸化抑制効果を小さくし、摩擦係数を上昇させることが判明した。

#### 参考文献

- 1) 池永 勝:特殊鋼,45-9,29 (1996).
- 2) 仁平宣弘,三尾 淳:はじめての表面処理技術,工業調査会,81 (2001).
- 3) W-D.Munz:Journal of Vacuum Technology A 4-6 2717 (1986).
- 4) S.Wilson,A.T.Alpas:Surface and Coatings Technology, 86-87,75 (1996).
- 5) 仁平宣弘:防錆管理,46-2,46 (2002).

(原稿受付 平成 15 年 7 月 30 日)