

# 金型用硬質薄膜被覆鋼材の MSE 法による表面強さ評価 — 基材に施された異なるショットピーニング処理条件の影響 — Evaluation of surface strength of the coated steel by the MSE method - Effect of shot peening treatment conditions for substrates steel -

富山県立大・院（学）\*岡田 拓磨 富山県立大・工（正）宮島 敏郎

フジタ技研（正）南条 吉保 フジタ技研（非）新田 允徳

Takuma Okada\*, Toshiro Miyajima\*, Yoshiyasu Nanjyo\*\*, Masanori Nitta\*\*

\*Toyama Prefectural University, \*\*Fujita Giken inc.

## 1. 緒言

現在、軽量電池缶ケースの開発において、チタンのプレス加工が試みられている。このプレス加工時に、成形品に曲がり・歪み・クラックが生じることが問題になっている。その原因の一つとして、チタン材の金型への凝着が挙げられる。一般的に、凝着を防ぐには、金型に凝着しにくい材質を適用することや、油膜切れに強い表面性状を付与することが重要である。そこで、金型にショットピーニング<sup>1)2)</sup>をすることで、油溜まりのための凹凸を創製し、その上から硬質薄膜を被膜することが考えられている。一方、ショットピーニングで形成される凹凸の深さによっては、硬質薄膜の剥離性が問題になる。そのため、ショットピーニングを施した上での硬質薄膜の表面強さ・耐剥離性などの評価が重要になっている。

硬質薄膜の表面強さ・耐剥離性の評価法として、スクラッチ試験、ロックウェル硬さ試験などがある。しかし、硬質薄膜の多層化・厚膜化により、これらの評価法では実際の寿命と合わないことが増えている。さらに、ショットピーニングなど基材に凹凸を形成してから硬質薄膜を成膜する場合には、表面の凹凸形状の影響が評価結果に強く影響するため、従来の評価手法では、硬質薄膜の表面強さ・耐剥離性が評価できない問題が生じている。

そこで本研究では、新たな表面強さ評価法として、岩井・松原によって提案され、本研究室でも長年研究を進めてきた、マイクロ・スラリージェット・エロージョン（MSE）法<sup>3)</sup>を適用することを試みた。これは、数  $\mu\text{m}$  の微粒子と純水を混合させたスラリを圧縮空気ด้วยความ高速投射することで、微小なエロージョンを進行させて、そのエロージョン深さから機械的特性を評価する手法である。本研究室では、この MSE 法を応用し、粒子径が数十  $\mu\text{m}$  から数百  $\mu\text{m}$  の球形粒子を用いて、衝突エネルギーを大きくして繰り返し衝撃を与え、硬質薄膜と基材の複合的な表面の動的な耐衝撃性と耐剥離性の評価を行っている<sup>4)-8)</sup>。

これまでの研究で、基材へのショットピーニング投射圧力を変えて硬質薄膜を成膜した試験片において、投射粒子に平均粒径 50  $\mu\text{m}$  のアルミナ粒子を用いた MSE 試験で評価した場合、MSE での損傷面積率が、ショットピーニング投射圧力 0.5 MPa 試験片では、0.4 MPa 以下の試験片と比較して増加することや、初期の表面粗さ（Sa）が、MSE での損傷面積率に寄与していることが示唆された<sup>9)</sup>。そこで本研究では、さらにショットピーニング条件を増やして、硬質薄膜の表面強さに及ぼす基材のショットピーニング処理条件の違いによる表面粗さの影響を明らかにした結果を述べる。

## 2. 供試材料

基材には、直径 16 mm、高さ 7 mm の高速度工具鋼 SKH51 を用いた。基材にショットピーニングを施していないもの（図表中に LP と表記）と、ショットピーニング後に研磨で粗さを調整した 6 種類の試験片、3As, 5As, 3LPL, 5LPL, 3LPD, 5LPD を用意した。数字はショットピーニングの投射圧力を示しており（3 : 0.3 MPa, 5 : 0.5 MPa）、アルファベットは処理条件（As : ショットピーニングのまま, LPL : ショットピーニング後に突起先端を軽く研磨し除去, LPD : ショットピーニング後に突起の根元まで深く研磨して除去）を表している。この上からアーク・イオン・プレーティング法（AIP）法により、膜厚が 3  $\mu\text{m}$  になるように TiCN 膜を被膜した。TiCN 膜の実際の膜厚は、ショットピーニングなしの試験片をカロテスト法により測定した結果、2.93  $\mu\text{m}$  であった。

次に、各試験片の表面の面粗さについて、レーザー顕微鏡（OLYMPUS 製、OLS-5000）の 100 倍対物レンズを用いて測定した。試験片表面のレーザー顕微鏡観察結果と表面粗さ Sa および Sz の測定結果を Fig. 1 に示す。試験片の表面粗さは、ショットピーニングを施していないもので最も小さく、ショットピーニングを施した試験片では、3LPD, 5LPD, 3LPL, 5LPL, 3As, 5As の順に大きくなった。

各試験片の表面を、卓上型 SEM（日立ハイテック製、TM-4000）で撮影した。反射電子像と二次電子像の合成画像を Fig. 2 に示す。ショットピーニングを施したすべての試験片において表面の凹凸がみられ、各試験片の凹部を詳細に観察すると、3LPD と 5LPD では亀裂が少し存在し、3LPL と 5LPL では亀裂の数が多くなっていた。さらに、3As と 5As では亀裂の数が多い多くなり、凹部の深さも深くなった。そのため、凹部が深いほど、局所的に膜厚が薄くなる可能性があると考えられる。

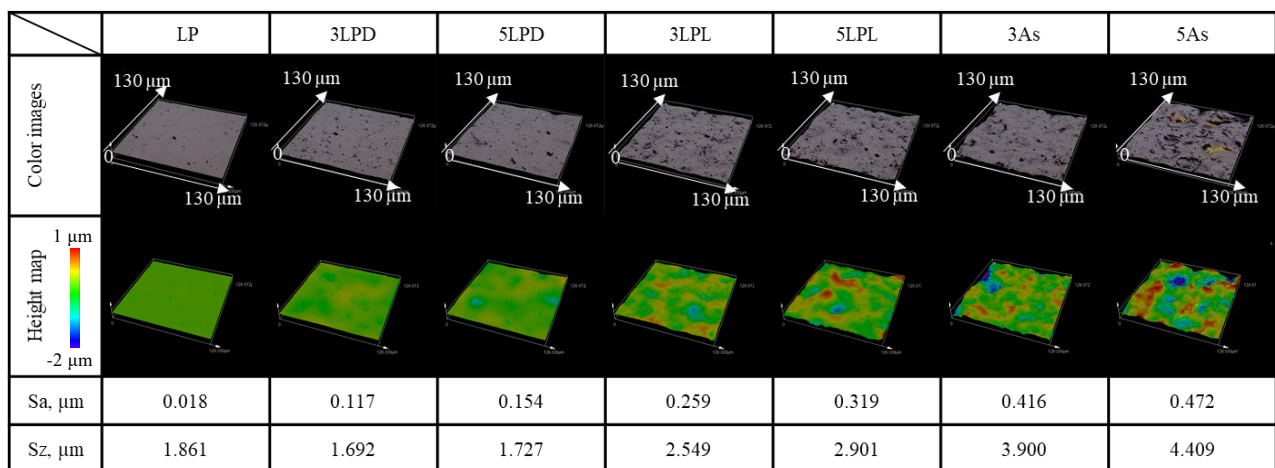


Fig. 1 Laser color images, height map and surface roughness (Sa, Sz) of the original surfaces

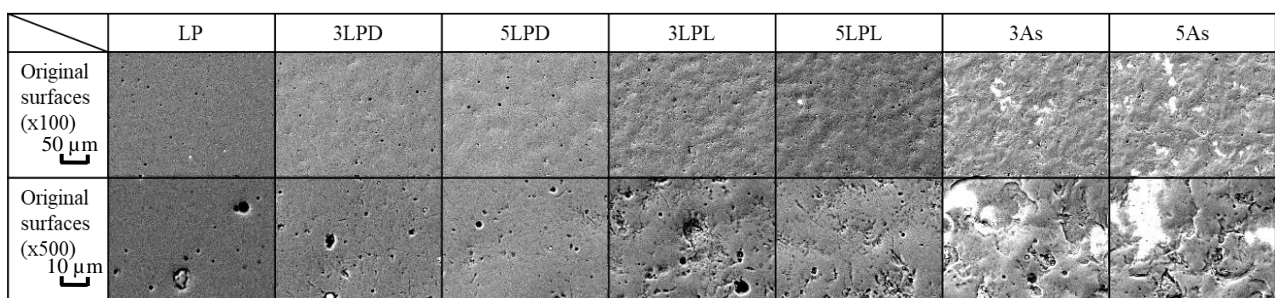


Fig. 2 SEM images of the original surfaces

### 3. 試験機および試験方法

試験機には、本研究室独自仕様の大粒子投射型微粒子エロージョン試験機<sup>4)</sup>（ノズル断面形状 3×3 mm，投射距離 10 mm）を使用した。投射粒子には、平均粒子径 50  $\mu\text{m}$  の球形アルミナ粒子（BA50）を用いて純水と混合し、スラリー濃度は 3 mass% とした。試験条件はスラリー流量を 700 mL/min，エア流量を 40 L/min とした。粒子は 1 g ずつ投射して、エロージョンの進行をマイクロスコープで観察した。

### 4. 試験結果および考察

#### 4.1 エロージョン面の観察

各試験片の投射ごとのマイクロスコープ画像を Fig. 3 に示す。3LPD と 5LPD では、LP よりも局所的なエロージョンの進行箇所が少なく、3LPL，5LPL，3As，5As では、LP よりも多くの箇所でエロージョンが進行した。また、3As と 5As では、3 g 投射後において、TiCN 膜がなくなり、基材が露出した。

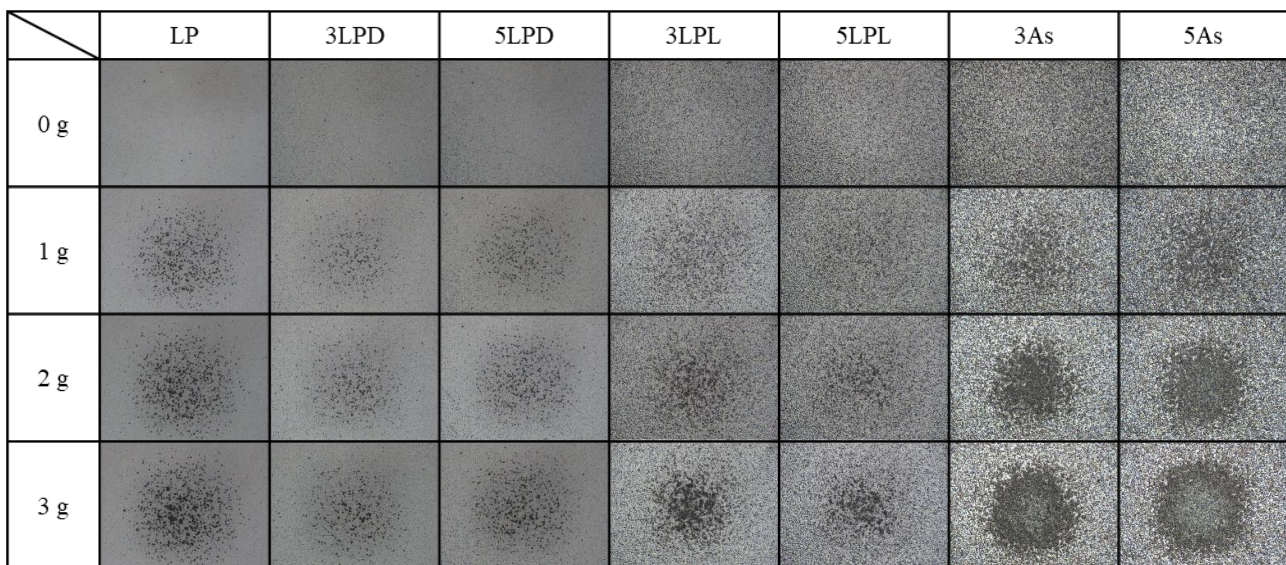


Fig. 3 Microscope images of the original surfaces (0 g) and the eroded surfaces

1 mm

#### 4.2 エロージョン面の損傷面積率と初期表面粗さ (Sa) との関係

投射面の損傷面積を定量化するために、Fig. 3 の各試験片の 1 g 投射面の画像から、画像解析ソフト WinROOF2018 によって損傷面積率を測定した。1 g 投射面の損傷面積率測定結果を Fig. 4 に示す。各試験片の損傷面積率は LP で 6.31 %, 3LPD で 2.60 %, 5LPD で 4.68 %, 3LPL で 8.74 %, 5LPL で 7.63 %, 3As で 12.26 %, 5As で 20.00 % となった。これらの結果から、最も損傷面積率が低い試験片は 3LPD、最も高い試験片は 5As であった。

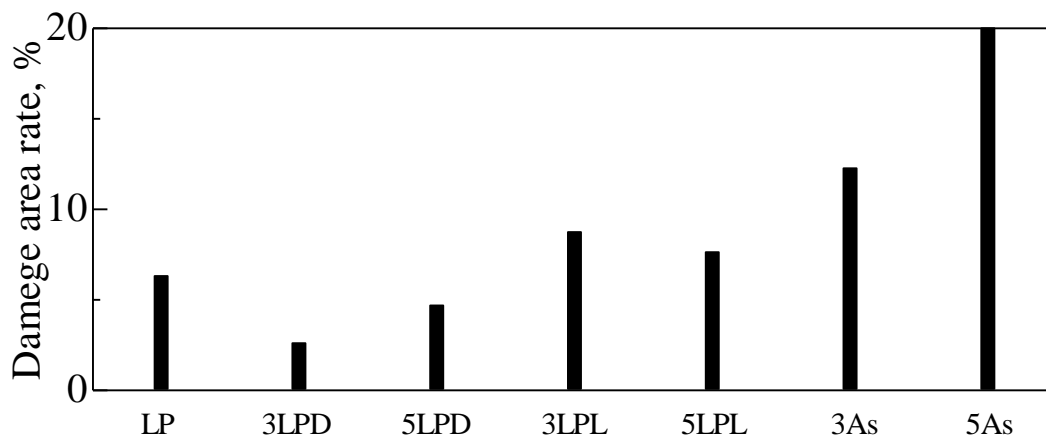


Fig. 4 Damage area rate of eroded surfaces

次に、MSE 試験前の試験片の初期表面粗さ (Sa) と損傷面積率の関係を Fig. 5 に示す。なお、本試験結果に加え、過去に発表したデータ<sup>9)</sup>も合わせて載せる。Sa=0.2  $\mu\text{m}$  以下では、損傷面積率は Sa=0.2  $\mu\text{m}$  に近づくにつれて減少する傾向がある。一方、Sa=0.2  $\mu\text{m}$  を超える試験片では、損傷面積率は LP よりも大きくなり、増加傾向がみられる。このことから、損傷には表面粗さ Sa が寄与していると考えられ、本成膜においては、Sa=0.2  $\mu\text{m}$  以下になる条件でショットピーニングを施すと、損傷は抑制できると考えられる。

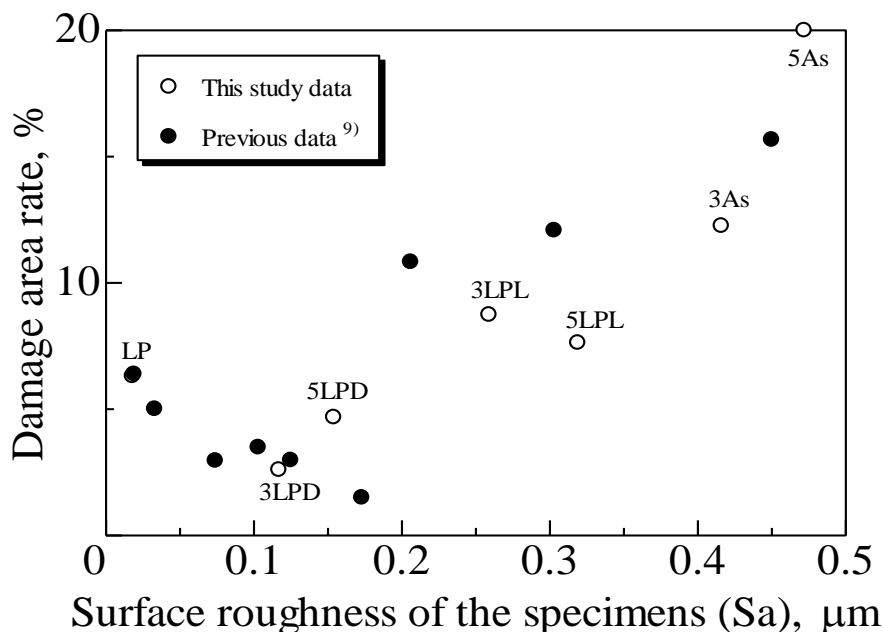


Fig. 5 Relationships between surface roughness (Sa) of the specimens and damage area rate

#### 4.3 SEM 観察によるエロージョン面の比較

各試験片の投射粒子量 3 g のエロージョン面を卓上型 SEM で観察した。反射電子像と二次電子像の合成画像を Fig. 6 に示す。

LP の損傷面では、ドロップレット部分や亀裂などの脆弱部から損傷し、損傷箇所を起点として周囲に亀裂が発生しているようにみられる。これらから、エロージョン損傷は、脆弱部から進行し、それ以外の箇所では進行が遅いことがわかる。

ショットピーニング処理で表面粗さ Sa が 0.2  $\mu\text{m}$  以下であった、3LPD と 5LPD の損傷面では、LP と同様にドロップ



プレートや亀裂などの脆弱部から損傷し、損傷箇所を起点として周囲に亀裂が発生することでエロージョンが進行する。脆弱部以外の箇所では、亀裂は発生せず、個々の粒子衝突痕とみられる凹部のみ形成された。

一方、ショットピーニング処理で表面粗さ  $Sa$  が  $0.2\ \mu\text{m}$  を超えた、3LPD、5LPD、3As、5As の損傷面では、全体に亀裂の発生がみられ、3LPD と 5LPD の損傷面でみられた凹部が形成されるのみの箇所はほぼみられない。また、3As と 5As では、局所的に膜厚が薄いと考えられる箇所がみられ、その部分から早期に損傷が広がるために、他の試験片よりもエロージョンの進行が早くなったと考えられる。

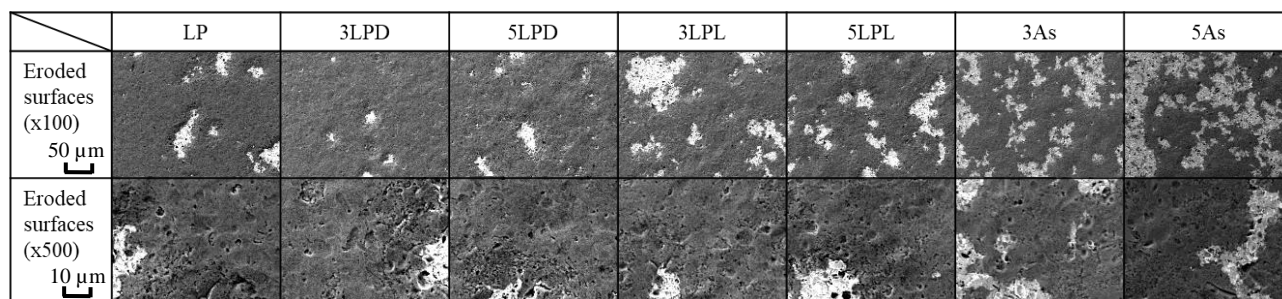


Fig. 6 SEM images of the eroded surfaces (Mass of particles: 3 g)

#### 4.4 まとめ

過去の研究で、基材へのショットピーニングの投射圧力を変えた場合、 $0.1\sim0.4\ \text{MPa}$  では MSE での損傷面積率は小さいが、 $0.5\ \text{MPa}$  では MSE での損傷面積率が大きくなった<sup>9)</sup>。そこで、本研究では、様々なショットピーニング処理条件で、基材にショットピーニングすると、 $0.5\ \text{MPa}$  でも処理条件によっては MSE での損傷面積率が小さくなることがわかった。また、MSE での損傷面積率には、表面粗さが寄与しており、 $Sa=0.2\ \mu\text{m}$  以下では  $0.2\ \mu\text{m}$  に近づくにつれて減少し、 $Sa=0.2\ \mu\text{m}$  を超えると増加することがわかった。

以上の結果から、基材にショットピーニングを施した硬質薄膜は、初期表面粗さの影響が大きく、 $Sa=0.2\ \mu\text{m}$  以下となるような処理条件でショットピーニングを施せば、油溜まりのための凹凸の創製に加え、硬質薄膜の表面強さ・耐衝撃性の向上が得られることが示唆された。

#### 5. 結言

- (1) MSE 試験の結果より、試験で生じたエロージョン損傷面積率は、3LPD と 5LPD では LP よりも低いが、3LPL、5LPL、3As、5As では LP よりも高くなることを明らかにした。
- (2) SEM 観察より、初期表面粗さ  $Sa=0.2\ \mu\text{m}$  以下であった 3LPD と 5LPD では、硬質薄膜に衝突痕の凹みが多数みられ、脆弱部以外では膜が残存する。一方、初期表面粗さ  $Sa=0.2\ \mu\text{m}$  を超えた 3LPL、5LPL、3As、5As では、投射面全体で亀裂がみられ、特に 3As と 5As では局所的に膜厚が薄くなっている箇所があるため、剥離箇所が多くなることがわかった。
- (3) SKH51 を基材に用いた TiCN 膜においては、初期表面粗さ  $Sa=0.2\ \mu\text{m}$  以下になる条件でショットピーニングをすることで表面強さ・耐剥離性が向上することが示唆された。

#### 文献

- 1) 小林：ピーニングによる表面改質，精密工学会誌，第 81 巻，第 12 号（2015），1062-1066.
- 2) 加藤・中島：微粒子による精密ショットピーニングでの表面改質，表面技術，第 52 巻，第 8 号（2001），20-23.
- 3) 岩井・松原・平井・春日井：硬質薄膜の摩耗特性評価のためのマイクロスラリージェットエロージョン（MSE）試験法とその装置の開発，日本機械学会論文集（C 編），第 74 巻，第 739 号（2008），218-224.
- 4) 宮崎・宮島・堀川・里見・河村：金型用硬質薄膜の微粒子エロージョンによる耐繰返し衝撃・耐剥離性の評価，トライボロジー会議 2018 秋 伊勢 予稿集（2018）B36.
- 5) 山下・宮島・宮崎・堀川・里見・河村：微粒子エロージョンによる CrN 系硬質薄膜の表面強度評価，日本機械学会 2019 年度 年次大会（2019）J16408.
- 6) 山下・宮島・堀川・里見・河村：投射粒子径を変えた MSE 法および微粒子エロージョン法による硬質薄膜の表面強度評価，日本機械学会北信越支部 第 57 期総会・講演会 講演論文集（2020）J035.
- 7) 奥井・宮島・鈴木・里見・河村：MSE 法による WC 系硬質薄膜と TiN 系硬質薄膜の表面強さ評価，日本設計工学会 2021 年秋季研究発表講演会（2021）B11.
- 8) 奥井・宮島・鈴木・里見・河村：MSE 法による WC 系硬質薄膜の表面強さ評価，トライボロジー会議 2021 秋 松江 予稿集（2021）D9.
- 9) 岡田・宮島：MSE 法によるプレス金型用硬質薄膜の表面強さ評価，日本機械学会 2022 年度 年次大会（2022）S115-05.