球圧子接触繰返し荷重下でのセラミックス被覆材におけるはく離発生挙動 Delamination behavior of ceramic film under cyclic contact loading by sphere indenter

正 滋賀県立大学 高松 徹 正 滋賀県立大学 田邊 裕貴 〇学 滋賀県立大学院 田島 俊宏
Tohru TAKAMATSU Hirotaka TANABE Toshihiro TAJIMA

The University of Shiga Prefecture, Hassaka-cho 2500, Hikone, Shiga

Key Words: Coating Material, Surface Improvement, Residual Stress, Cyclic Contact, TiN Film, Fracture Strength, Delamination, Sphere Indentation Test, Ring Crack.

バイアス電圧を変えて dc マグネトロンスパッタ法により TiN 薄膜をコーティングした工具鋼 SK3 を用いて、球圧子径 $2R$ 、最大荷重 $P_{\max}$ を変えた条件で球圧子繰返し荷重負荷試験を行った。その結果以下のことが分かった。①静的荷重では薄膜にリングクラックが発生しない荷重でも、繰返し負荷すると球圧子接触領域の若干外側の薄膜にき裂・はく離を生じる。②発生したき裂はリングクラックの一部であり、き裂とはく離はほぼ同時に発生する。③はく離発生寿命 N_d は $P_{\max}$ の低下に従って増加し、 $P_{\max}-N_d$ 関係は $2R$ 依存性を示す。同じ N_d となる $P_{\max}$ は $2R$ が大きい方が大きい。④ $P_{\max}$ から求めたき裂発生位置での半径方向の引張応力 $\sigma_{r,d}$ と N_d 関係の $2R$ 依存性は、 $P_{\max}-N_d$ 関係に比べて小さい。⑤ N_d は V_B が小さい方が大きい。

1. まえがき

筆者らはこれまで、セラミック被覆材における薄膜の破壊強度、および破壊じん性評価に対する球圧子押し込み試験法の有効性について検討した^{(1),(2)}。球圧子押し込み試験法は、セラミック被覆材に球圧子を静的に押付け、荷重を増加した場合の薄膜のリングクラック(半径方向の引張応力によって生じる円状のき裂)発生現象を利用するものである。セラミック被覆金属基板に球圧子を押し込むと基板は塑性変形を示すが、硬さが大きな基板で、大きさが比較的大きな球圧子の場合、基板の塑性変形は小さい状態でリングクラックが発生する。その場合、近似的に弾性接触応力および応力拡大係数が適用でき、基板硬さによらない絶対的評価が可能である。ただし、球径を変えた場合、ぜい性材料の寸法効果の影響も予想されるので、確率論的手法などを用いて、球圧子径に依存しない特性値を推定することも必要である。さらに、一般に薄膜には成膜時に大きな圧縮残留応力を生じることがあるので、残留応力を考慮した推定も必要である。筆者らはこれまで、TiN 被覆超硬合金(WC-Co 基板)を試験片として、球径を広範囲に変えた球圧子押し込み試験を行い、薄膜の破壊強度を推定し、破壊強度に及ぼす成膜時のバイアス電圧の影響を明らかにした。その結果、球圧子押し込み試験法の有効性はある程度明らかとなったが、硬さが小さい基板に対しては塑性変形が大きくなり、球径を大きくしてもリングクラックが発生しないため適用できない。しかし、そのような硬さの小さい基板に被覆した薄膜に対しても、低い荷重を長時間繰返し負荷することにより、薄膜に破壊やはく離が生じる可能性がある。そこで本研究では、筆者らの球圧子押し込み試験法に関する研究の一環として、球圧子を用いて繰返し接触荷重を加えた TiN 被覆 SK3 鋼の薄膜の破壊およびはく離挙動に及ぼす球圧子径、荷重、およびバイアス電圧の影響を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

基板には、SK3 炭素工具鋼を用いた。これを所定の寸法(20×40×5mm)に加工し、真空焼入れ後に焼もどし処理を行った。その後、耐水エメリー紙 #2000 を用いて研磨仕上げを行った結果、算術平均粗さは約 0.05 μm となった。ビッカース硬さは約 HV800 であった。基板制作後、dc マグネトロンスパッタリング装置を用いて TiN 薄膜を成膜し試験片とした。膜厚は約 2.5 μm 、バイアス電圧は $V_B=0$ 、-60V の 2 通りとした。これまでの筆者らの研究⁽¹⁾より、 V_B を変えることにより、膜硬さ、残留応力、膜組織が変化することが明らかになっているので、本研究ではその結果を参考に V_B を決定した。球圧子接触繰

Fig.1 Schematic of cyclic loading sphere indenter test

返し荷重下の試験の概略を図 1 に示す。試験は油圧サーボ式疲労試験機を用い、荷重制御、荷重比 0.1、周波数 50Hz の条件で行った。球圧子には軸受用 HIP 焼結 Si_3N_4 球を用いた。球圧子径 $2R$ は、筆者らの球圧子押し込み試験で用いていた 3.96, 7.93, 9.6mm の 3 種類とした。WC-Co 基板を用いた前報⁽¹⁾の球圧子押し込み試験におけるリングクラック発生荷重は、 $2R=3.96\text{mm}$ では約 4kN、 $2R=7.93\text{mm}$ では約 8kN、 $2R=9.6\text{mm}$ では約 10kN である。本研究の TiN 被覆 SK3 鋼に静的荷重を負荷した結果、いずれの $2R$ においてもリングクラックは発生しなかった。そこで、WC-Co 基板におけるリングクラック発生荷重の約 20~30%を最大荷重 $P_{\max}$ として繰返し荷重負荷試験を行った。試験中、一定の回数(約 30000 回)ごとに試験を中断して、接触領域を観察した。観察には、デジタルマイクロスコプ、および走査型電子顕微鏡 SEM を用いた。

3. 実験結果および考察

3.1 はく離発生挙動 接触領域の観察の結果、初期の段階では、くぼみのみが観察されたが、ある繰返し数でき裂およびはく離が観察できた。き裂、はく離の例を図 2 に示す。図 2 は、 $P_{\max}=1.6\text{kN}$ 、 $2R=7.93\text{mm}$ 、 $V_B=-60\text{V}$ 、繰返し数 $N=3 \times 10^5$ 回の場合である。図 2(a)より接触領域の周辺にき裂が生じており、一部ではく離が生じているのが分かる。図 2(b)は、図 2(a)のはく離箇所周辺(A 部分)を SEM により観察した結果

Fig.2 Example of ring crack

である。図2(b)よりはく離箇所周辺にもき裂が発生しているのがわかる。このことから、図2(a)におけるはく離は薄膜表面に発生したき裂が原因で生じたと考えられる。なお、本研究における接触領域の観察からは、き裂発生とはく離発生はほぼ同時であることがわかった。

図3は、図2のき裂部分を高倍率で観察した結果である。図3より、き裂は結晶粒界にそって進展しているのがわかる。き裂の微視的様相は、前報⁽¹⁾における球圧子押し込み試験でのリングクラックの様相と同様である。そのことから、本研究で観察されたき裂は、部分的なリングクラックと考えられる。

以上の様相は、他の条件の場合も同様であった。すなわち、静的荷重では発生しない荷重であっても、長時間繰返し負荷することによって、薄膜にリングクラック、およびはく離を生じることがわかる。しかし、き裂、はく離の発生メカニズムに関しては現時点では不明であり、今後の課題である。

Fig.3 Microstructure of ring crack

3.2 はく離発生寿命に及ぼす球圧子径の影響

図4に、 $2R$ を変えた場合の $P_{\max}$ とはく離発生繰返し数 N_d （対数目盛）の関係を示す（ $V_B = -60V$ ）。図4より、いずれの $2R$ の場合も N_d は $P_{\max}$ の低下に伴って、ほぼ直線的に増加している。そこで、 $2R$ ごとに直線近似した。図4より、同じ N_d となる $P_{\max}$ は $2R$ が大きい方が大きいことがわかる。また、 $2R=3.96mm$ と $9.6mm$ の場合を比較すると、 $P_{\max}$ に倍近くの違いがあることがわかる。すなわち、 $P_{\max}-N_d$ 関係の $2R$ 依存性は明確である。

前報⁽²⁾の球圧子押し込み試験では、リングクラック発生強度 $\sigma_{r,i}$ を、リングクラック発生位置での膜の半径方向の引張応力 $\sigma_{r,d}$ として求めた。そこで、本研究でも前報⁽²⁾と同一の式を用いて、次式で示すように、 $P_{\max}$ からき裂発生位置における膜の半径方向の引張応力 $\sigma_{r,d}$ を求めた。

$$\sigma_{r,d} = \frac{E_f(1+\nu_s)}{E_s(1+\nu_f)} \cdot \frac{1-2\nu_s}{2} \cdot \frac{P_{\max}}{\pi r_f^2}$$

ここで E : ヤング率, ν : ポアソン比, $P_{\max}$: 最大荷重, r_f : リングクラック半径（き裂発生位置）であり、添え字の f, s はそれぞれ薄膜、基板を示す。

図5に、 $2R$ を変えた場合の $\sigma_{r,d}-N_d$ の関係を示す。図より

Fig.4 Influence of $2R$ on the $P_{\max}-N_d$ relationship

Fig5 Influence of $2R$ on the $\sigma_{r,d}-N_d$ relationship

いずれの $2R$ も、 $\sigma_{r,d}$ が小さくなるに伴って N_d は長くなる傾向が見られる。さらに、 $\sigma_{r,d}-N_d$ 関係は約10~15%の範囲にあることから、 $\sigma_{r,d}-N_d$ 関係に及ぼす $2R$ の影響は、 $P_{\max}-N_d$ 関係の場合に比べて小さいといえる。

ただし、 $2R=3.96mm$ の $\sigma_{r,d}$ に関しては、他の $2R$ より大きな値を示す傾向が見られる。その原因としては塑性変形の影響及びぜい性材料の破壊強度の寸法効果の影響が考えられる。

3.3 はく離発生寿命に及ぼすバイアス電圧の影響

図6に、 $\sigma_{r,d}-N_d$ 関係に及ぼす V_B の影響を示す（ $2R=7.93mm$ ）。図より、 N_d は $V_B=0V$ の方が $V_B=-60V$ より若干大きい傾向を示すことがわかる。この原因として、薄膜の残留応力および結晶粒径の影響が考えられる。前報⁽¹⁾より、 V_B の増加に伴って、薄膜の圧縮残留応力は増加する傾向を示すことがわかっている（ $V_B=0V$ でほぼゼロ、 $V_B=-60V$ で約2.0GPa）。従って、残留応力の観点からは、 N_d は $V_B=-60V$ の方が大きくなるのが予想され、今回の N_d の相違は説明できない。一方、前報⁽¹⁾より、 V_B の増加に伴い結晶粒径は増加する傾向を示すことがわかっており、本研究の観察結果も同様であった（ $V_B=0V$ で約0.3 μm 、 $V_B=-60V$ で約0.8 μm ）。一般に、破壊強度は結晶粒径が小さいほど増加すると予想されるので、 N_d に及ぼす V_B の影響は、定性的には結晶粒径の影響として説明できる。

Fig.6 Influence of V_B on the $\sigma_{r,d}-N_d$ relationship

4. まとめ

- 静的荷重ではリングクラックが発生しない荷重でも、繰返し負荷すると球圧子接触領域の若干外側の薄膜にき裂・はく離を生じる。
- 発生したき裂はリングクラックの一部であり、き裂とはく離はほぼ同時に発生する。
- はく離発生寿命 N_d は $P_{\max}$ の低下に従って増加し、 $P_{\max}-N_d$ 関係は $2R$ 依存性を示し、同じ N_d となる $P_{\max}$ は $2R$ が大きい方が大きい。
- $P_{\max}$ から求めた膜に生じたき裂位置の半径方向の引張応力 $\sigma_{r,d}$ と N_d 関係の $2R$ 依存性は、 $P_{\max}-N_d$ 関係に比べて小さい。