イオンビーム支援 TiN コーティングを施した Ti-6Al-4V の フレットング疲労特性

清水翔太^{*1}, 中谷正憲^{*2}, 原田泰典^{*2}

Fretting fatigue behavior of Ti-6Al-4V coated with TiN by ion beam assisted deposition

Shota Shimizu, Masanori Nakatani and Yasunori Harada

Department of Mechanical Engineering, University of Hyogo
Shosha 2167, Himeji, Hyogo, 671-2280 Japan

Fretting fatigue behavior and mechanical property of Ti-6Al-4V coated with titanium nitride (TiN) by ion beam assisted deposition were investigated. To investigate the influence of mixed layer on the fretting fatigue behavior, TiN were deposited of an acceleration voltage of 0.2 and 2keV. Mixed layer became thick with an increase in acceleration voltage. Adhesion and wear resistance improved with increasing acceleration voltage. TiN coating increase the fretting fatigue life. The fretting fatigue life of the specimen coated with TiN of an acceleration voltage of 2keV was two times longer than that of the specimen coated with TiN of an acceleration voltage of 0.2keV. In conclusion, thicker mixed layer caused higher adhesive strength and wear resistance, resulting in long fretting fatigue life.

Key Words : Fretting fatigue, Ion beam assisted deposition, Titanium nitride film, Titanium alloy

1. 緒 言

近年、人工関節や骨折固定材などの生体材料においてみられるフレットング疲労が非常に問題視されている。フレットング疲労とは、構造物の締結部のように外荷重により微動する接触部に摩耗が発生し、その表面損傷が起点となる疲労破壊であり、疲労強度は通常疲労に比べて著しく低くなる⁽¹⁾。フレットング疲労の防止には表面改質が有効であり、中でも、TiN コーティングは、TiN が有する優れた耐摩耗性から、フレットング疲労強度の向上が期待される。しかし、コーティングに割れやはく離が生じることにより、逆に疲労強度が低下する⁽¹⁾ため、基板と膜の密着性の改善は重要な問題となっている。

本研究で用いるイオンビーム支援蒸着 (IBAD) 法は、イオンビームを照射しながら成膜する方法であり、基材と膜の界面にミキシング層を形成することで、密着性が向上することが報告されている⁽²⁾。

本研究では、IBAD 法を用いて TiN を被覆したチタン合金 Ti-6Al-4V のフレットング疲労特性に及ぼすミキシング層の影響を明らかにすることを目的とする。

2. 実験方法

供試材には市販のチタン合金 Ti-6Al-4V を用いた。素材から機械加工により、板状試験片 (100^l×8^w×1^t mm) および接触片を採取した。熱処理後のビッカース硬さは HV305 であった。また、試験片の両面および接触片の接触部は鏡面仕上げを施した。成膜には IBAD 法を用いた。成膜前にはスパッタクリーニングを 10 分間行い、チタン (純度: 99.99%) を電子ビーム蒸発させると同時に窒素イオンビームを照射することにより TiN を成膜した。表 1 に成膜条件を示す。本研究においては、密着性に及ぼすミキシング層の影響を調査するために、ミキシング層の厚さに影響を及ぼすと報告されている⁽²⁾加速電圧を 0.2, 2keV に変化させ、その他の条件は固定して成膜を行った。以下、0.2keV 材、2keV 材と呼ぶ。

密着性の評価には自作のスクラッチ試験機を用い、水平速度 0.035mm/s、荷重速度 0.3N/s の下で実施した。また、摩耗特性の評価には自作の往復式ボールオンディスク試験機を用い、水平速度 5mm/s、荷重 1N、移動距離 6m の条件で実施した。

フレットング疲労試験には、自作の 4 点曲げ疲労試験機を用いた。試験は室温大気中において、応力比 $R = -1$ 、繰返し速度 20Hz、最大応力 $\sigma_{max} = 400\text{MPa}$ の荷重制御の下で実施した。接触圧は 25MPa とした。

* 原稿受付 2013 年 8 月 2 日

^{*1} 学生員、兵庫県立大学 工学研究科

^{*2} 正員、兵庫県立大学 (〒671-2280 姫路市書写 2167)

E-mail: nakatani@eng.u-hyogo.ac.jp

Table 1 Deposition condition of TiN films

Acceleration voltage E_a (keV)	0.2, 2
Transport ratio	4
Acceleration current (mA)	32
Deposition rate (nm/s)	0.5
Monitored thickness (μm)	1

3. 実験結果および考察

3・1 表面性状 Ti-6Al-4V に成膜した薄膜の表面性状を図1に示す。加速電圧 0.2keV 材, 2keV 材でそれぞれ異なる結晶粒を示した。これは、林ら(3)の報告にもあるように、イオン照射エネルギーの強さが結晶の配向性に影響を及ぼしたと考えられる。

3・2 組成分析 イオンビームの加速電圧がミキシング層形成に及ぼす影響を調べるために、成膜した薄膜の界面近傍の組成をXPSにより分析したデプスプロファイルを図2に示す。窒素の含有率が0%~36%となる範囲を便宜上ミキシング層と定義すると、加速電圧が大きくなるにつれて、ミキシング層は厚くなった。これは、加速電圧が高くなるほど、イオン衝突エネルギーは大きくなり、窒素イオンが基材により深く押し込まれるためと考えられる。

3・3 硬さ・密着強度 各条件の試験片のビッカース硬さおよび密着強度を表2に示す。未コーティング材とコーティング材の硬度を比較すると、TiN コーティングを施すことでどちらの条件においても未コーティング材より硬くなった。

0.2keV 材と 2keV 材の密着強度を比較すると、2keV 材の方が密着性が優れていた。これは、ミキシング層の厚さに起因するものと考えられる。

3・4 摩耗特性 図3に摩耗試験により測定した摩擦係数を示す。0.2keV 材では、初期は低い摩擦係数を示しているが、約 250s 付近で急激に上昇し、未処理材とほぼ同程度の値を示した。一方、2keV 材においては、摩擦係数は徐々に増加する傾向が見られた。これは、0.2keV 材より 2keV 材の方が密着性が優れていたことに加え、表面性状の違いも影響したと考えられる。

Fig. 1 FE-SEM images of surface morphology of TiN films

Fig. 2 Influence of acceleration voltage on the chemical composition of TiN films

Table 2 Vickers hardness, critical load and fretting fatigue life for different specimen

	Vickers hardness	Critical load (N)	Fretting fatigue life (cycles)
Uncoated	305	-	3.2×10^5
0.2keV	580	6.4	3.6×10^5
2keV	636	7.8	7.8×10^5

Fig. 3 Coefficient of friction during wear test

3・5 フレッシング疲労特性 $\sigma_{\max}=400\text{MPa}$ にお

いてのフレッシング疲労寿命を表2に併せて示した。TiN コーティングを施すことでフレッシング疲労寿命が向上した。また、加速電圧で比較してみると、2keV 材の方がフレッシング疲労寿命が向上した。図4にフレッシング損傷面の SEM 写真を示す。未処理材は、フレッシングパッドの接触部に多数のき裂が見られたのに対し、コーティング材では破面近傍にのみはく離が観察され、き裂は確認できなかった。これより、コーティング材では、薄膜ははく離し、基材に直接的に摩耗が生じることで、き裂が進展し破断に至るものと考えられる。以上より、2keV 材の方がミキシング層は厚く、密着性が高いことに加え、前述のように、2keV 材の方が摩擦係数が低いことで、フレッシング疲労特性の TiN のはく離が抑制され、フレッシング疲労寿命が向上したと結論づけた。

4. 結 言

- (1) 加速電圧を大きくすることで TiN 薄膜とチタン合金の界面に形成されるミキシング層が厚くなり、密着性および耐摩耗特性が向上した。
- (2) TiN コーティングを施すことで、フレッシング疲労寿命が向上した。また、加速電圧を大きくすると、フレッシングによる TiN のはく離が抑制され、フレッシング寿命は向上した。

文 献

- (1) M.Okane, K.Shiozawa, T. Ishikura, *Journal of the Japan Society of Mechanical Engineers*, Vol.65, No.632 (1999) pp.827-832.
- (2) L.H.Tian, B.Tang, D.X.Liu, X.D.Zhu, J.W.Hen, *Surface & Coating Technology*, Vol.191, (2005) pp.149-154.
- (3) T.Hayashi, A. Matsumuro, M. Muramatsu, M. Kohzaki, Y. Takahashi, K. Yamaguchi, *Journal of the Japan Society of Precision Engineers*, Vol.65, No.9 (1999) pp.1340-1344.

(a) Uncoated

(b) 0.2keV

(c) 2keV

Fig. 4 FE-SEM images of fretted surface of the specimen