様　式　Ｃ－１９、Ｆ－１９、Ｚ－１９　（共通）

科学研究費助成事業　　研究成果報告書

平成 ２７ 年　 ６ 月　 ９ 日現在

機関番号：１３３０１
研究種目：基盤研究(B)
研究期間：2012～2014
課題番号：２４３６００５４

研究課題名（和文）ホロカソード放電型スパッタ装置によるフリーカーボン含有高潤滑コーティング膜の創成

研究課題名（英文）Creation of high lubricating film containing free carbon by hollow cathode discharge spattering coating equipment

研究代表者
細川　晃（HOSOKAWA, AKIRA）

金沢大学・機械工学系・教授

研究者番号：４０１９９４９３

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費）　　14,800,000円

研究成果の概要（和文）：“ホローカソード放電型スパッタ装置(HCD)”と同等の機能を有しながら，機能性・拡張性に富む“アーク放電収束プラズマ輸送型イオンプレーティング装置(VACS-100)”を用い，ドロップレットがほとんどない極めて平滑なコーティング膜の生成に成功した．FAD(Filtered Arc Deposition)法を成膜原理とするこの装置で生成したTiN膜は，通常のAIP法やHCD法に比べて膜硬度や密着性に優れており，この膜をコーティングしたエンドミルは，プリハードン鋼(JIS SUS420J2)の乾式側面切削において良好な耐摩耗性と切削性を示した．

研究成果の概要（英文）：Availability of the TiN-coated film deposited by Filtered Arc Deposition (FAD) method is investigated. In FAD method, the extremely smooth surface is formed without any droplets (macro particles) due to the magnetic filtering. The mechanical properties such as hardness, adhesion strength and friction coefficient of coated film depend considerably on the deposition conditions. The TiN-coated end mill has good mechanical properties such as hardness and adhesion strength when the bias voltage is -50 V with N2 flow rate of 20 cc/min, and this tool is effective in high speed milling of prehardened steel (JIS SUS420J2) than commercially available AIP and HCD (Hollow cathode discharge) tools.

研究分野：精密加工学

キーワード：PVD　FAD法　AIP法　ドロップレット　密着強度　エンドミル　切削抵抗　工具摩耗

１．研究開始当初の背景

近年，チタン合金やニッケル基耐熱合金などの切削加工の要求が急増している．しかし，これらの材料の低熱伝導性や高加工硬化性などによって工具寿命が極めて短く，耐摩耗性を有する工具の開発が急務となっている．

現在，難削材の切削加工を目的としたコーティング工具はアークイオンプレーティング法(AIP法)によるTiCN，TiAlN，AlCrNなどが主流となっている．これは“母材に耐熱性を付与する”ことに主眼をおいており，(1)高硬度，(2)耐熱性，(3)母材との高い密着性に特徴がある．一方，アンバランスドマグネトロンスパッタ(UBMS)法によるコーティング膜には，(4)平滑性，(5)低摩擦係数等に特徴があり，“母材に潤滑性を付与する”効果が期待されている．申請者らは前駆的研究(挑戦的萌芽研究：H22-H23)において，UBMS法によって作製したTiCN膜はドロップレット(溶滴)のない極めて平滑な面と低い摩擦係数をもつことを明らかにし，小径エンドミルによる切削加工への有効性を示した．

しかしながら，さらなる高能率加工を実現するためには，平滑性を維持しながら，密着強度や膜硬度を強化したコーティング膜の開発が不可欠であるとことを痛感した．

２．研究の目的

そこで本研究では，UBMS法によるコーティング技術を高度化し，高強度難削材の高能率切削を可能にする耐熱性と潤滑性富む硬質のコーティング膜の創成を目的としている．そのため，独自のHCD(Hollow Cathode Glow Discharge)アシスト型スパッタ装置を導入する．コーティング膜の条件は，①平滑性；②低摩擦係数；③高硬度；に加え，④耐熱性；⑤母材との密着強度；である．

３．研究の方法

本研究では独自のコーティング装置である“ホローカソード放電型スパッタ装置”の導入を検討した．しかし，コーティング膜創成装置の製作過程で不具合が判明し，装置の抜本的な再設計を余儀なくされた．すなわち，当初の“ホローカソード放電型スパッタ装置”と同等の機能を有しながら，機能性・拡張性に富む“アーク放電収束プラズマ輸送型イオンプレーティング装置”をメーカーと共同で開発した．これはFAD(Filtered Arc Deposition)手法による成膜を可能にしたもので，より平滑なコーティング膜が生成できる．研究方法の手順は下記の通りである．

(1)アーク放電収束プラズマ輸送型イオンプレーティング装置(VACS-100)によるコーティング膜の作製

まず，独自に設計したコーティング装置のチューニングと最適成膜条件を決定する．本装置は陰極表面に形成される陰極点から放出される高エネルギーのイオンを蒸着して薄膜を形成するもので，重要なのはアーク放電にともなって発生したプラズマの安定化である．検討すべきパラメータは，①バイアス電圧，②ダクト電圧，③コーティング温度，④ボンバーメント条件(基板表面の酸化物層や有機物層をイオンスパッタリングで除去する工程)，⑤アシストガス流量である．

(2)コーティング膜の特性の分析・評価

(1)で作製したコーティング膜について，機械的性質(硬度，摩擦係数，平滑度，膜厚)，母材との密着強度，組成分析，構造解析を行い，難削材切削に用いるコーティング膜としての特性を有しているか，既存のコーティング工具と比較しながら詳細に検討する．

(3)切削加工実験によるコーティング工具の性能評価

難削材の一種であるステンレス系プリハードン鋼を被削材として切削実験を行い，工具(コーティング膜)の特性を評価する．評価項目は，切削抵抗，工具損耗，切りくずの凝着性，仕上げ面性状などである．本研究は膜自体の開発を目的としているため，より過酷な乾式切削で性能評価を行う．特に，工具の損傷メカニズムは詳細に検討する．

４．研究成果

(1)コーティング装置

コーティングはアーク放電収束プラズマ輸送型イオンプレーティング装置(FAD装置)を用いて行った．図1に本研究で導入したFAD法の原理を示す．FAD法とはアーク放電によって蒸発・イオン化した金属ターゲットに磁場をかけることによりイオン化した金

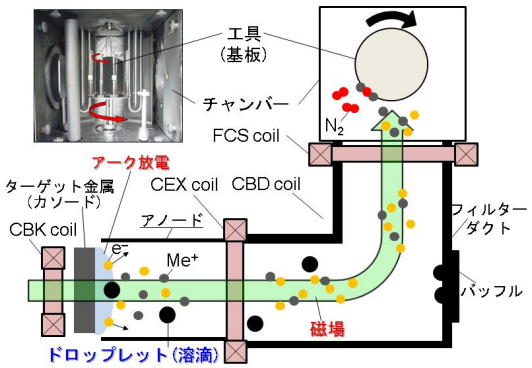


図１　FAD 法の原理



図２　コーティング装置(VACS-100)

表1　コーティング条件

膜種		TiN
成膜時間 time t_c	min	120
バイアス電圧 e_b	–V	50 – 200
ダクト電圧 e_d	V	15
成膜温度 T	ºC	350
ボンバーメント時間 t_b	min	20
N_2 流量 fr_{N2}	cc/min	10, 20, 30
試料		SF20 (WC-Co)

表2　コーティング試料

Process	No.	N_2 流量 fr_{N2} [cc/min]	バイアス電圧 e_b [–V]
FAD	1	20	50
	2	20	100
	3	20	150
	4	20	200
	5	10	100
	6	30	100
HCD	7	—	—
AIP	8	20	50

HCD: ホローカソード法

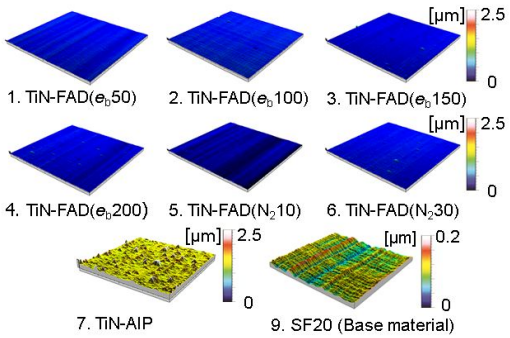


図３　コーティング膜の３次元形状

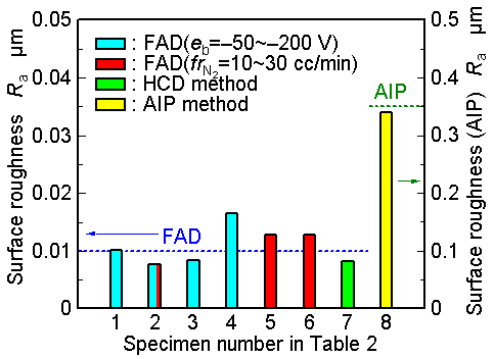


図４　コーティング膜の表面粗さ

属のみをワークに蒸着させる手法である．電気的に中性なドロップレットは磁界の影響を受けず，フィルターによってトラップされる．つまり高い密着性を保ちながら平滑な膜をコーティングすることが期待できる．図2は製作したコーティング装置の外観である．

(2)コーティング装置膜の特性

①コーティング条件

主たるコーティング条件を表1に示す．膜

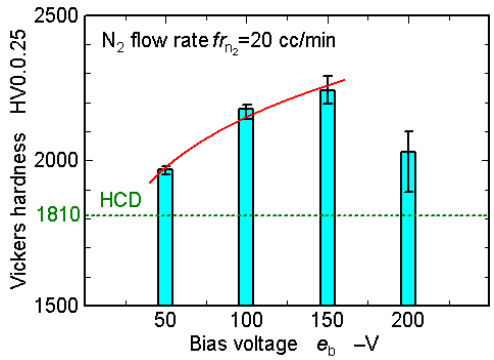


図５　コーティング膜の硬さ

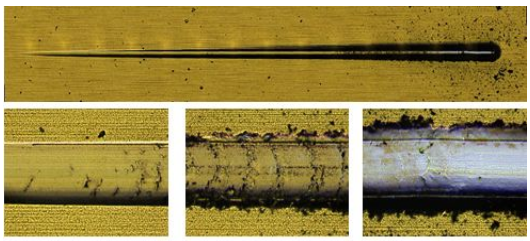


図６　スクラッチ試験

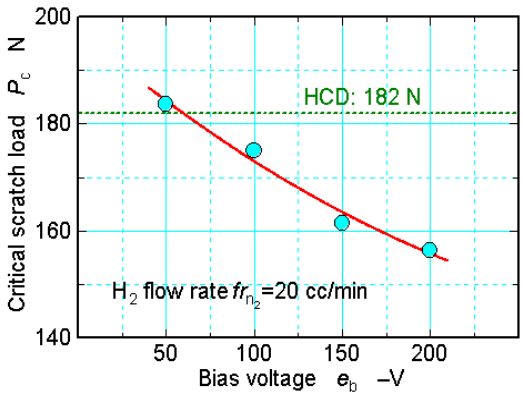


図７　コーティング膜の剥離強度

特性評価用試験片として超微粒子超硬を用い，膜厚がおよそ2 μmになるようにコーティング時間を調整した．基板バイアス電圧は –50 ~ –200 V，N_2流量は10 ~ 30 cc/minに変化させ，表2に示す6種類のFAD-コーティング膜を生成した．比較対象として，AIP法とHCD法のものも準備した．膜硬度は微小硬さ試験機，膜の密着強度はスクラッチ試験(CSM：REVETEST)で測定した．

②コーティング膜の特性

図3はコーティング膜表面の３次元形状である．図にみるように，AIP法では多くのピンホールや突起がみられるが，FAD法ではドロップレットのない極めて平滑な膜が得られている．図4は仕上げ面粗さ*Ra*を比較したものである．AIP法ではおよそ0.35 μmなのに対し，FAD法では母材の粗さとほぼ同じ0.008 ~ 0.016 μmと極めて小さいことがわかる．

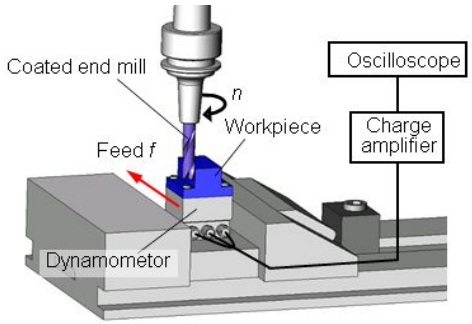


図８　実験装置

表３　実験条件

工具	ϕ6 mm, 2-flute square endmill
コーティング膜	TiN-FAD(e_b50), TiN-FAD(e_b100), TiN-HCD　(Base material: Carbide)
工作物	STAVAX-プリハードン鋼 (378 HV)
切削速度	v = 100 m/min
1刃あたり送り	f_z = 0.015 mm/tooth
軸方向切込み	a_p = 4 mm
半径方向切込み	a_e = 0.6 mm
切削方式	Down cut, Dry

図5はバイアス電圧が膜硬度に及ぼす影響を示した結果である．ここで，ビッカース圧子の測定荷重は0.025 kgfで，圧痕深さは膜厚の1/2以下にしている．図より，負の電圧を上げることにより膜硬度が上昇する傾向がみてとれる．これは，バイアス電圧を上げることでTiN膜の結晶化率が上昇するためである．また，総じて市販のHCD法より硬度が高い．

膜の密着強度はスクラッチ試験により行った．図6はその剥離状況を示したもので，初期剥離(Lc1)，部分剥離(Lc2)，完全剥離(Lc3)が観察される．図7はバイアス電圧が剥離強度(Lc3)に及ぼす影響を調べた結果である．図にみるように，臨界剥離荷重はバイアス電圧を負に上げるにつれて低くなっている．これは負の電圧が高いほうが金属イオンを引きつける力が強くなるために，コーティング内部の残留応力が圧縮方向に強く働くためと考えられる．

次にN_2流量の影響に注目すると，硬度，臨界剥離荷重ともにN_2流量が20 cc/minの時最も高い値を示した．これはTiとNの組成比が20 cc/minで最適化されたためと考えられる．

(3)切削実験

①実験条件および実験方法

微粒子超硬スクエアエンドミルにコーティングを施し，プリハードン鋼(JIS SUS420J2, 378HV)の乾式側面切削を行った．コーティング条件は前節で最も密着度が良好であった条件1と2(基盤バイアス電圧–50, –100 V)で，TiN-FAD(eb50/eb100)と表記する．また，市販のホローカソード型イオンプレーティング法(TiN-HCD)のものと比較している．切削条件を表3，実験装置の概略図を図8に示す．

②工具摩耗

切削距離L_c=0, 26, 260 mmにおけるエンドミル刃先部逃げ面の状態(反射電子像)を図9に示す．図の白色部は基材である微粒子超硬，薄いグレー部は被削材の凝着，濃いグレー部はコーティング膜である．図より，市販品であるTiN-HCDに比べ，TiN-FAD(e_b50)は膜の剥がれや工作物の凝着もみられず，摩耗が抑制されていることがわかる．図5より，膜硬度はTiN-FAD(e_b100)の方が高いことから，ある程度の硬度を確保すれば，臨界剥離荷重が工具の耐摩耗性に重要であることが言える．図10は切削距離と逃げ面摩耗幅の関係であるが，TiN-FAD(e_b50)の工具摩耗が最も小さい．

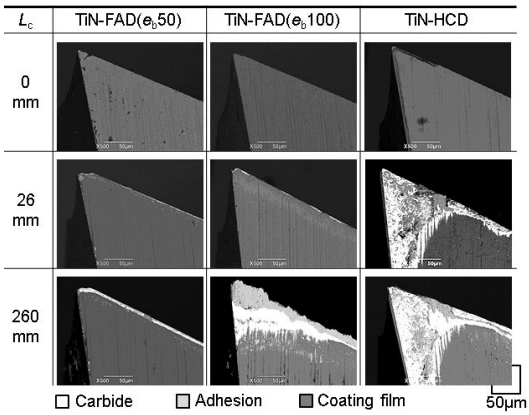


図９　工具刃先の逃げ面摩耗形態(反射電子像)

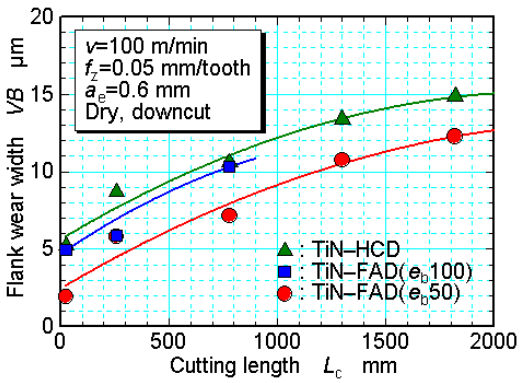


図 10　コーティング膜種と逃げ面摩耗量

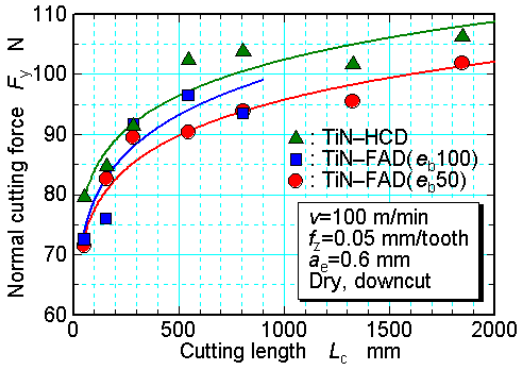


図 11　コーティング膜種と切削抵抗

図11は切削にともなう切削抵抗接線分力の推移である．平滑性と膜の均一性に優れたFAD-膜は切削初期から切削抵抗が小さく，また，膜硬度と密着性に優れるTiN-FAD(e_b50)は切れ刃の鈍化が抑制され，継続して切削抵

抗が小さくなったものと考えられる．

以上の結果より，本研究で開発した“アーク放電収束プラズマ輸送型イオンプレーティング装置：FAD装置(VACS-100)”で形成したPVDコーティング膜は，STAVAXプリハードン鋼に対して優れた耐摩耗性を示していることが明らかになった．

(4)研究のまとめ

“アーク放電収束プラズマ輸送型イオンプレーティング装置”をコーティングメーカーと共同で開発し，種々のPVDコーティング膜の生成に成功した．なお，装置の再設計で研究計画が大幅に遅れ，最終年度で漸く優れたコーティング膜の生成に成功したことを付言する．得られ結果を以下にまとめる．

①FAD法によるPVD-膜はドロップレットがなく極めて平滑で，膜厚も一様である．

②FAD法によるTiN膜はバイアス電圧に大きく依存しており，バイアス電圧を負に大きくするほど膜の硬度が上がり，逆に母材との密着度は低下する．

③FAD法によるTiN膜は膜の結晶化率が高く，膜組成が一様なため，AIP法やHCD法の膜に比べ硬度が高い．

④特に，バイアス電圧の調整によって膜の密着強度を高めたTiN-FAD(e_b50)は，プリハードン鋼のエンドミル加工において，低い切削抵抗と優れた耐摩耗性を示す．

⑤さらに，膜の平滑性のため，AIP法やHCD法によるエンドミルに比べ，良好な仕上げ面を得ることができる．

〈引用文献〉

① 臼杵　年, 切削工具のコーティング技術における総論, 砥粒加工学会誌, 58巻, 5号, 2014年, 285-288頁.

② López de lacalle, L.-N., Pérez, J., Llorente, J.-I., Sánchez, J.-A., Advanced cutting conditions for the milling of aeronautical alloys, J. Materials Processing Tech., vol.100, No.1-3, 2000, pp.1-11.

③ Klocke, F., Krieg, T., Coated tools for metal cutting –Features and Applications, Annals of the CIRP, Vol.48, Issue 2, 1999, pp.515-525.

④ Martin, P. J, Bendavid, A., Review of the filtered arc process and materials deposition, Thin Solid Films, Vol.394, 2001, pp.1-15.

５．主な発表論文等

〔雑誌論文〕（計　０　件）

〔学会発表〕（計　１　件）

① 藤本哲生，細川　晃，古本達明，小谷野智広，嶋村公二，PVDコーティング工具による難削材の高能率加工　－フィルタードアーク蒸着法(FAD)によって形成した膜の評価－，2015年度精密工学会春季大会学術講演会，2015年3月17-19日，東京都．

〔図書〕（計　０　件）

〔産業財産権〕

○出願状況（計　０　件）

○取得状況（計　０　件）

〔その他〕

ホームページ等

http://www.me.se.kanazawa-u.ac.jp/lab/04.html

６．研究組織

(1)研究代表者

細川　晃（HOSOKAWA AKIRA）

金沢大学・機械工学系・教授

研究者番号：40199493

(2)研究分担者

古本達明（FURUMOTO TASTUAKI）

金沢大学･機械工学系･准教授

研究者番号：60432134

(3)研究分担者

小谷野　智広（KOYANO TOMOHIRO）

金沢大学・機械工学系・助教

研究者番号：20707591