PVDによるセラミックス硬質膜を有する工具材料の残留応力に関するX線的研究

メタデータ	言語: jpn
	出版者:
	公開日: 2017-10-05
	キーワード (Ja):
	キーワード (En):
	作成者: 後藤, 昌英
	メールアドレス:
	所属:
URL	http://hdl.handle.net/2297/16702

氏　　名	後藤　昌英
学位の種類	博士（工学）
学位記番号	博甲第680号
学位授与の日付	平成16年9月30日
学位授与の要件	課程博士（学位規則第4条第1項）
学位授与の題目	ＰＶＤによるセラミックス硬質膜を有する工具材料の残留応力に関するＸ線的研究
論文審査委員(主査)	廣瀬　幸雄（自然科学研究科・教授）
論文審査委員(副査)	稲部　勝幸（自然科学研究科・教授），安達　正明（自然科学研究科・教授），佐々木　敏彦（教育学部・教授），黒堀　利夫（教育学部・教授）， （自然科学研究科・教授）

学位論文要旨

Abstract

In this thesis, the author studies the evaluation for tool materials deposited PVD thin films using X-ray diffraction technique.

In the first chapter, the high-speed steels deposited PVD thin films and problems associated with the materials such as the residual stress and crystallite orientation that occurs during the production process are described as the subject of this thesis and the background of this research.

In the second chapter, specimens that are deposited TiN and TiCN respectively by PVD were annealed in a furnace at temperature of 573K, 798K, 843K and 893K. Using X-ray diffraction technique, the crystallite orientation was evaluated by the pole figure and the orientation distribution function. The residual stress of thin films was measured with the two-exposure method. The effect of the residual stress on the mechanical strength of the TiN and TiCN thin films having preferred orientation was investigated by the dynamic hardness test and the scratch test.

In the third chapter, TiN thin films having [111] fiber texture near the single crystal structure by physical vapor deposition was treated in this study. There is no procedure to evaluate the stress-strain state for such sample. Therefore, a new procedure of X-ray stress measurement for single crystal having [111] fiber texture is proposed. In addition, the procedure is compared with precedent procedure up to present.

In the forth chapter, JIS-SKH55 tool steel without thin-film deposition was used as the specimen. SKH55 is a dual-phase steel consisting of martensite α'Fe and alloyed carbide M_6C_2. The residual stress and the misfit of plastic strain were determined by X-ray stress measurement using the Eshelby/Mori-Tanaka model.

In the last chapter, contents described from second chapter to forth chapter are summarized.

学位論文要旨

スパッタ法は1966年頃から実用化された技術である．古くから存在する技術であるが，近年脚光を浴びる原因になった理由はコーティング膜と基板の密着性がここ数年で飛躍的に改善したこと，またその幅広い使用用途にもよる．加えてPVD（Physial Vapor Deposition）という製造方法で作られたコーティング膜は次のような優れた利点を持つ．(1) 蒸着時の低温化が可能である．低温蒸着を可能にすれば余分なエネルギーを与えずにすむため，省エネルギーとなる．(2) 環境調和性に優れている．基本的に外気への排出物がないので汚染物を大気中に放棄しない．(3) 他の表面改質工法との複合化もしくは種々の材料の複合化が可能である．今までのめっきなどのウェットプロセスに比べれば，原子，分子を直接調整するので，浸炭，窒化，めっきとの複合化が可能であり，さらにスパッタ法では様々な基金属をスパッタできるので，複合材料化が可能である．

本論文では金属加工用工具材料の表面改質としてTi系セラミックス硬質膜を扱っているが，他の産

業分野において，取分けエレクトロニクス分野においてドライプロセスによる薄膜蒸着技術の進歩には目覚しいものがある．無論，本論文で対象にしている金属加工用工具への表面改質としての技術もこれまでに機械加工の分野では重要な技術としてこの分野を支えてきた．そして現在も様々な改良が加えられ発展途上の分野である．それゆえ製造プロセスに関する諸問題や薄膜の諸物性の評価に対する理解はまだ手付かずの問題も多く残っている．具体的には機械加工工具に対して TiN，TiCN などのセラミックスコーティングが耐磨耗性に有効であると開発されたが，そこに存在する非常に強い圧縮残留応力の存在や PVD という製造方法に伴う結晶配向やそれを構成するメカニズム，あるいはその配向性や内部に存在する残留応力と耐磨耗性などの機械的強度との関係などは，あまり解明されていない．これら諸問題に対して本論文で扱っていく．これらの研究背景および研究目的については第 1 章で述べた．

第 2 章では，TiN および TiCN 薄膜を有する高速度工具鋼について，X線を用いて薄膜の結晶配向性を確認した．そして ODF を用いてその変化を定量的に評価した．またX線応力測定を用いて薄膜および基板界面の残留応力測定を行い応力状態について確認した．そしてその結晶配向と残留応力が機械的強度にどのように影響するのかを調べるため，動的微小硬さ試験およびスクラッチ試験を行い膜の評価を行った．また PVD の成膜パラメータであるバイアス電圧についての影響についても調査を行った．得られた知見をまとめると以下のようになる．

(1) PVD 法により作成された TiN および TiCN 薄膜は大きな圧縮残留応力を持ち，その応力は-5GPa ほどに達する．

(2) TiN および TiCN 薄膜の結晶配向性は 893K までの熱処理に対してほぼ一定であった．しかしながら膜内の圧縮残留応力は 600K を超えると緩和の現象が見られた．

(3) 残留応力の作用方向に対する機械的強度試験であるスクラッチ試験において，熱処理温度に対してスクラッチ摩耗量および微小クラック数は熱処理温度とともに増加の傾向を示し，それは圧縮残留応力の緩和の現象に対応していた．したがってこの形態の摩耗現象に残留応力の効果は非常に有効である．しかしながら試験片表面法線方向からの試験である DH 測定では熱処理温度に対して顕著な相関は見られなかった．これは圧縮残留応力の影響が硬さには顕著に表れていないことを意味する．

(4) バイアス電圧を変化させることにより，[111]繊維配向の強さが変化することが分かった．しかしながら変化はある電圧でサーチレーションすることが分かった．加えて残留応力も測定を行ったが，バイアス電圧に対してはその絶対値に比べるとそれほど大きな変化は見られなかった．

第 3 章では，優先配向薄膜のX線応力測定法そのものについて検討を行った．単結晶に近い[111]繊維配向 TiN 薄膜を用いて，このような薄膜に対する正確な応力評価法の開発を目指して 3 つの方法にて応力測定を行い比較検討した．得られた知見をまとめると以下のようになる．

(1) アークイオンプレーティングにて作製した TiN 薄膜は単結晶に近い[111]繊維配向を持っていた．応力値は約-6GPa に近い値を持っていることが分かった．

(2) 試験片に対し 3 つのモデルを使い応力測定について調査した．モデル 1 の多結晶[111]繊維配向等 2 軸モデルとモデル 2 の単結晶等 2 軸モデルでは，応力値に大きな違いは無かった．したがって本章で提案されるモデル 2 が妥当であることが示された．

(3) モデル 2 において測定回折面の違いから応力値が若干異なった．これはX線の浸入深さによるものと考えられ，応力勾配の存在も検討する必要があると思われる．またモデル 3 として記した田中らにより提案された単結晶の測定における簡便な方法にて応力値を比較した．その結果，平面応力仮定において σ_{11} と σ_{22} では値が若干異なった．これは無ひずみ時の格子面間隔 d_0 の誤差と思われるが，根本的な応力状態仮定についても検討が必要と思われる．

第 4 章では，第 2 章で用いた PVD 蒸着材の基板材として用いられている SKH55 高速度工具鋼に対して，その応力値の比較を目的に，同様な焼なまし熱処理を行い，残留応力，ロックウェル硬さおよび塑性ひずみのミスフィットについて測定を行い，材料強度におよぼす影響を考察した．得られた知見をまとめると以下のようになる．

(1) 負荷応力に対し母相であるマルテンサイト相，および介在物相である炭化物相では弾性定数の違いにより応力値の変化が異なった．炭化物相にはマクロ応力に対し極めて大きい相応力がかかっていた．

(2) 焼なまし熱処理に対して，残留応力においてはマルテンサイト相，炭化物相とも 800K まではほぼ一定の値を示し，800K を超えると圧縮残留応力の緩和が起こった．
(3) 塑性ひずみのミスフィットにおいても 800K まではほぼ一定の値を示し，800K を超えるとの塑性ひずみのミスフィットの緩和が起こった．塑性ひずみが正の値だと考えると炭化物相の塑性ひずみ量はマルテンサイト相のそれよりも大きいことが示された．
(4) ロックウェル硬さ測定においては 893K で軟化が起こったが，圧縮残留応力の緩和開始温度はそれより低い温度で起こるため，材料の使用にあたっては，特に疲労強度を考えた場合このことを考慮に入れるべきであると考えられる．

第 5 章において，これらの知見について総括して述べた．

以上一連の以上の一連検討より，PVD により蒸着されたセラミック硬質膜を有する工具材料について機械的強度に与える残留応力を中心とした影響因子について提示を行うことができた．本論文で得られた知見がこれからの PVD 処理技術に大きく役立つことを期待したい．

学位論文審査結果の要旨

平成 16 年 8 月 2 日に第 1 回学位論文審査委員会を開催し，提出された学位論文及び関係資料に基づき論文内容を詳細に検討した．さらに，平成 16 年 8 月 2 日に行われた口頭発表後に，第 2 回学位論文審査委員会を開き，協議の結果，以下のように判定した．

本論文は産業界で使用されているセラミック硬質膜を有する機械切削工具について，X 線を用いた物性および強度評価について検討を行ったものである．本研究では特に PVD による TiN および TiCN 薄膜を有する工具材料を対象とした．まず，表面改質材である繊維配向を有する薄膜材そのものに関して X 線を用いて結晶配向性および残留応力測定を行い，その非常に大きな圧縮残留応力が引掻強度に対して有効に働いていることを確認した．次にその PVD プロセスの条件によって新しく製造された単結晶に近い [111] 繊維配向 TiN 薄膜に対してその残留応力測定法について種々の方法を提案し，比較検討を行いその材料についての応力測定法の指針を示した．また，基板材である高速度工具鋼に対してマルテンサイト相と炭化物相からなる二相材料として扱い，その残留応力および塑性ひずみ解析を行い焼なまし熱処理時の各相のひずみ挙動を明らかにした．以上の内容は，表面改質を施した工具材料に対する強度評価法の提案と適用例であり，表面改質技術も含めて，今後の工具開発およびその材料開発に大きく貢献できるものと確信する．

以上，本論文は，博士（工学）の学位論文に値するものと判定する．