

球圧子押し込み疲労荷重下の TiN 被覆 WC-Co 超硬合金 における薄膜及び基板の破壊発生特性

滋賀県立大学 ○高松 徹 田邊 裕貴
滋賀県立大学[院] 堀井 重希

Fracture initiation properties of TiN thin films deposited on the substrate under sphere indentation fatigue loading

Tohru TAKAMATSU, Hirotaka TANABE, and Shigeki HORII

1 緒 言

これまで筆者らは、 Si_3N_4 バルク材、または TiN 被覆超硬合金 WC-Co を用いた静的球圧子押し込み試験を行って、セラミックバルク材における極表面層、およびセラミック被覆材における薄膜の破壊強度評価、および破壊じん性評価に対する評価法の有効性を示した^{(1)~(4)}。静的球圧子押し込み試験は、荷重増加中に表面層、または薄膜に生じるリングクラックの発生現象を利用した評価法である。しかし、硬さが WC-Co より小さな SK3 鋼を基板材とした TiN 被覆 SK3 鋼を用いて試験した結果、基板に大きな塑性変形を示し、リングクラックが発生しなかった。そこで筆者らは、図1に示すような繰返し荷重で球圧子を押し込む試験(球圧子押し込み疲労試験)を行って、その有効性を検討している。なお、小さな繰返し荷重を長時間負荷することにより、TiN 被覆 SK3 鋼でも、薄膜にき裂・はく離が発生した。また、球圧子押し込み疲労試験は、セラミック被覆材に繰返し荷重が長時間負荷された場合の膜特性を検討することも目的としている。本研究では、球圧子押し込み疲労試験の有効性を明らかにすることを目的とした研究の一環として、WC-Co 基板または TiN 被覆 WC-Co について球圧子押し込み疲労試験を行って、疲労過程での薄膜、基板のき裂発生挙動を詳細に調べ、き裂発生寿命に及ぼす押し込み荷重の影響を調べた。

2 実験方法

基板材として、硬さの異なる2種類の超硬合金 WC-Co, F 材, EM 材(タンガロイ)を用いた。表1にそれぞれの機械的性質を示す。表には、球圧子、TiN 薄膜の性質も示す。基板の形状寸法を図2に示す。基板試験片(基板材)、および基板の $40 \times 20\text{mm}$ の面に dc マグネトロンスパッタリング装置(ヒラノ光音製)を用いて $2.5\mu\text{m}$ 膜厚の TiN を被覆した試験片(被覆材)を製作した。球圧子押し込み疲労試験には、油圧サーボ式疲労試験機(テークスグループ、最大荷重 $P_{\max}=1\text{kN}$ 以上、周波数 40Hz)、電磁加振式疲労試験機(旭製作所、 $P_{\max}=1\text{kN}$ 以下、周波数 200Hz)を用い荷重比 0.1 の荷重制御条件で行った。球圧子は、軸受用 HIP 焼結 Si_3N_4 球を用い、球圧子径 $2R$ は、 3.96 (基板材は 5.95)、 7.93 、 12.6mm とした。試験中、所定の荷重繰返し数ごとに試験を中断し、デジタルマイクロスコープ、及び SEM を用いて押し込み領域

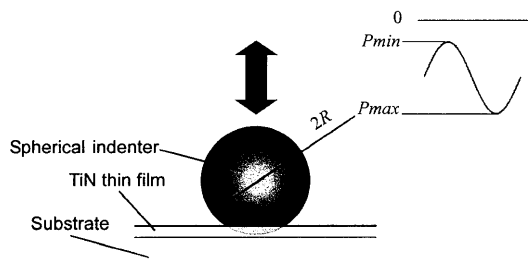


Fig.1 Schematic of spherical indentation fatigue test

Table 1 Mechanical properties of the material

	Indenter	Substrate F type	Substrate EM type	Film
Material	Si_3N_4	WC-Co	WC-Co	TiN
Young's modulus E , GPa	304	610	550	415
Poisson's ratio ν	0.28	0.21	0.22	0.19
Vickers hardness H_V		2050	1650	

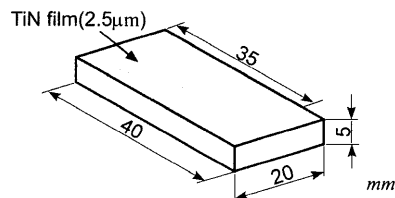


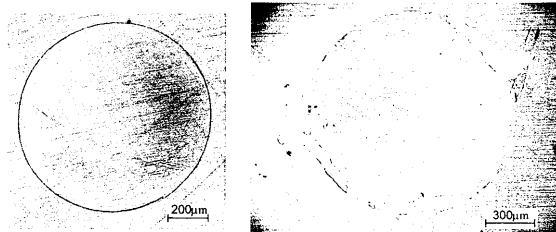
Fig.2 Shape and dimensions of the specimen.

を観察し、き裂の発生荷重繰返し数を決定した。また、打ち切り回数は 10^7 回とした。

3 実験結果および考察

図3は、基板材(EM 材, $2R=7.93\text{mm}$, $P_{\max}=7.0\text{kN}$)または被覆材(EM 材, $2R=12.6\text{mm}$, $P_{\max}=9.0\text{kN}$)の疲労試験中に、基板表面または薄膜に発生した円状のき裂(リングクラック)の例である。基板材の場合、ある荷重繰返し数で、接触領域近傍にはほぼ完全なリングクラックが発生した。被覆材の場合、高荷重では、ほぼ完全なリングクラック、およびその周辺にはく離を生じたが、低荷重ではリングクラックの一部と考えられる微視き裂が発生した箇所にはく離を生じた。詳細な観察を行った結果、はく離はき裂発生直後に生じることがわかった。また、基板がほとんど弾性変形状態でき裂が発生することもわかった。さらに、リングクラックは、これまでの静的球圧子押し込み試験と同様に、接触円の若干外側に発生することもわかった。

$P_{\max}$, $2R$ を変えた疲労試験を行って、接触領域近傍にリングクラックの発生が観察された荷重繰返し数を N_i として求めた。ただし、低荷重下の被覆材における N_i は、はく離発生荷重繰返し数として求めた。被覆材の静的試験では、薄膜のリングクラック発生荷重において、基板にもリングクラック



(a) Substrate specimen (b) TiN coated specimen
Fig.3 Appearance of ring crack

クが発生した。そこで、本研究でも被覆材における基板表面を詳細に観察した結果、高荷重では基板にき裂発生が確認できたが、低荷重では確認できなかった。また、被覆材における基板のき裂発生は、膜のき裂発生直後であることもわかった。

図4(a), (b)に、基板材、被覆材(EM材)の疲労試験より得られた $P_{max}-N_i$ 関係を示す。静的試験の結果を $N_i=1$ に示す。いずれの場合も、 N_i は P_{max} の低下に従って増加する、および $P_{max}-N_i$ 関係は $2R$ に依存する傾向を示す。ある N_i に対する P_{max} を比較すると、基板材の方が大きい。以上の傾向はF材基板の場合も同様であった。これまでの基板材、被覆材の静的球圧子押し込み試験でも、リングクラック発生荷重 P_i は明確な $2R$ 依存性を示した。しかし、 P_i とリングクラック半径 r_i から求めた、表面層または薄膜に生じる半径方向の引張応力 $\sigma_{r,i}$ は明確な $2R$ 依存性を示さないことがわかった。そこで、本研究も同様に $P_{max}-N_i$ 関係から $\sigma_{r,i}-N_i$ 関係を求めた。

図5(a), (b)は、基板材、被覆材の $\sigma_{r,i}-N_i$ 関係である。ばらつきはあるが、 $\sigma_{r,i}-N_i$ 関係は明確な $2R$ 依存性が見られず、近似的には材料特性と見なせる。この傾向はF材基板の場合も同様であった。被覆材について、 $N_i=10^7$ の時間強度を求めると、700~900MPaであり、静的試験からえられた値(約2000MPa)の35~45%であった。基板材と被覆材の比較より、基板材の $\sigma_{r,i}$ の方が大きいことがわかった。ただし、被覆材の $\sigma_{r,i}$ は薄膜の応力である。そこで、ある例について被覆材のFEM解析を行って被覆材における基板表面の応力を求めた結果、薄膜の応力より若干大きいことがわかった。しかし、被覆材における基板の応力は、基板材の $\sigma_{r,i}$ より若干小さかった。すなわち、被覆材における基板のき裂は、薄膜のき裂により引き起こされ、強度が低下したと考えられる。

図6(a), (b)に、被覆材の $P_{max}-N_i$ 関係、 $\sigma_{r,i}-N_i$ 関係を、F材とEM材で比較したものを示す($2R=12.6\text{mm}$)。 $P_{max}-N_i$ 関係は、若干の差が認められる。その要因として、基板硬さの影響が考えられる。しかし上記のように、き裂発生時の接触

領域にはほとんど塑性変形が認められないので、表1で示したように、基板のヤング率の影響が考えられる。図6(b)より、両基板材の $\sigma_{r,i}-N_i$ 関係はほぼ一致し、基板硬さ、ヤング率に依存しない特性が得られることがわかる。

4 結 言

TiN被覆WC-Co被覆材の $\sigma_{r,i}-N_i$ 関係は、広範囲の寿命領域で $2R$ 、基板材質に依存しない。以上から、球圧子押し込み疲労試験は、繰返し荷重条件下のセラミック被覆材における薄膜の特性評価法として有効と考えられる。

(参考文献 省略)

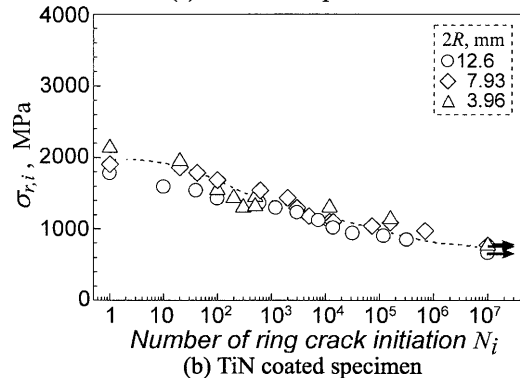
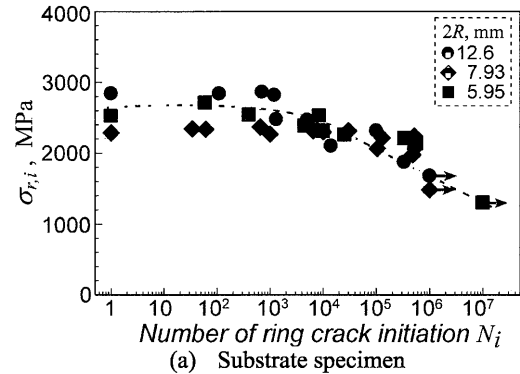


Fig.5 $\sigma_{r,i}-N_i$ relationship (EM type)

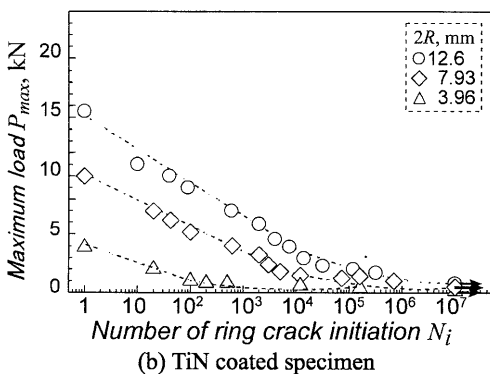
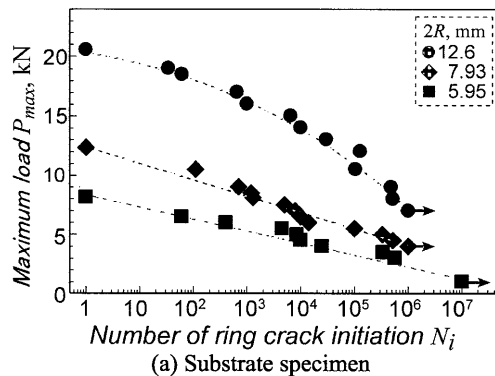


Fig.4 $P_{max}-N_i$ relationship (EM type)

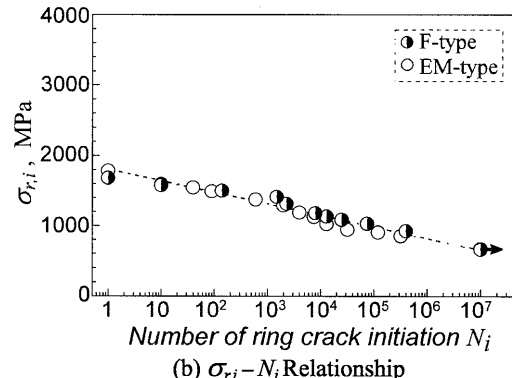
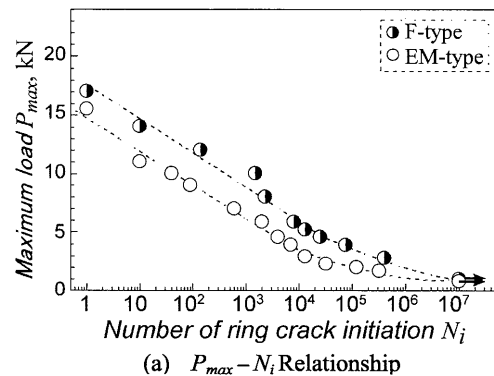


Fig.6 Comparison between two materials