

(様式 2)

学位論文の概要及び要旨

氏 名 石川 剛史 印

題 目 アークイオンプレーティング法により成膜したTiSiN膜の機械的特性の解明と切削性能に関する研究

学位論文の概要及び要旨

低コスト・高品質・省エネルギー化が進むにつれて、高硬度鋼を高速・高効率・高精度に切削加工する方向に進んでいる。このような切削条件では、工具刃先が 800°C から 1000°C に達し、高温下で被削材との機械的接触による摩耗や衝撃により、工具材料の酸化や軟化が進行する。そこで、硬質で耐熱性に優れた工具材料の開発が重要視されている。工具に耐摩耗性や耐熱性を付与する手段には、工具表面に CVD (化学蒸着法: Chemical Vapor Deposition) や PVD (物理蒸着法: Physical Vapor Deposition) により、硬質で耐熱性に優れたセラミックス膜を被覆することが一般的である。特に、低温で基材の変形が少なく、しかも成分系の選択肢が広い PVD の普及が著しく、なかでも、成膜時のイオン化率が高く、緻密で密着強度の高い膜が得られる AIP (アークイオンプレーティング法: Arc ion plating method) が工具へ適用されている。切削工具用の PVD 膜には TiN や TiCN があり、さらに硬度と耐酸化性を改善するために Al を添加した TiAlN がある。近年は、さらに硬度と耐酸化性を改善した Si 含有膜が使用され、切削加工の高能率化、低コスト化に貢献している。現在実用されている Si 含有膜には TiSiN, CrSiN, TiAlSiN, AlCrSiN 等があり、これら Si 含有膜は優れた機械的・熱的特性を示すことが確認されている。特に TiSiN 膜は、その他の皮膜に対して、極めて高硬度である。本研究の目的は、AIP による TiSiN 膜の硬化現象を組織、構造両面の観点から明らかにするとともに、工具寿命に及ぼす Si 含有量の影響および TiSiN 膜の工具への最適な被覆形態を解明して、高硬度材の高速切削性能を向上させることである。

第 1 章では、本研究の目的と切削工具に要求される特性と特徴、切削工具用硬質膜の特徴、TiSiN 膜の特徴および研究背景を説明した後、概要を述べている。

第 2 章では、AIP により TiSi 合金ターゲットを用いて、Si 含有量が異なる TiSiN 膜を成膜し、得られた TiSiN 膜の組成、結晶構造、硬度、弾性係数、残留応力、耐酸化性に代表される機械的特性に及ぼす Si 含有量の影響を検討した。その結果、Ti80-Si20 ターゲットによる TiSiN 膜が最大硬度

約 56 GPa を示し、それ以上の Si 含有量では逆に硬度が低下した。Si 含有量増加によって結晶粒径の微細化が確認されたものの、結晶粒径と硬度に明確な相関性はなかった。また、格子定数に大きな変化が見られなかったことから、TiSiN 膜の硬化は固溶強化ではない可能性、さらに N 含有量が増加することから、TiSiN 膜内には Si が化合物(Si_3N_4)として存在する可能性を示唆した。TiSiN 膜は、硬度と残留圧縮応力に強い相関性があることから、歪 (欠陥導入) により硬化したと推察した。また、TiSiN 膜の耐酸化性の向上は Si 含有量に依存した。

第 3 章では、TiSiN 膜が従来の TiN 膜や TiAlN 膜等の硬質膜に対し、著しく硬化する現象と Si 含有量が多くなり過ぎると、逆に軟化する現象を明確にするために、TiSiN 膜の組織と結晶構造に及ぼす Si 含有量の影響について TEM による構造解析を行った。その結果、AIP により成膜した TiSiN 膜は、ナノメートルサイズの TiSiN 結晶粒子と結晶粒子内部の Si 含有量に比べ Si が多く存在する TiSiN 界面相が存在し、この TiSiN 膜の硬化と軟化は、TiSiN 結晶粒径とこの界面相の厚さが関与していることを明らかにした。TiSiN 界面相は、立方晶 TiSiN 格子内の固溶限を越えた Si が TiSiN 結晶粒子を取り囲むように粒界に濃化し、TiSiN 結晶粒子の成長を抑制したと推察された。TiSiN 結晶粒子の微細化は TiSiN 膜の硬化の主因となるが、TiSiN 界面相のサイズ(厚さ)が増加すると TiSiN 膜の変形を促進させ硬度が低下する。この TiSiN 結晶粒子内部の Si 含有量に比べ Si が多く存在する TiSiN 界面相は、TEM による電子線回折結果から、非晶質相である可能性が高い。

第 4 章では、TiSiN 膜の切削工具への適用を検討するために、Si 含有量が異なる TiSiN 膜を超硬エンドミルの刃先表面に被覆し、工具寿命を高硬度材の高速切削条件で従来の TiAlN 膜と比較した。また、TiSiN 膜が優れた特性を発揮するための膜構造についても検討した。その結果、硬度ならびに耐酸化性に優れた TiSiN 膜は密着性に優れた TiAlN 膜を下層とすることによって、SKD11 (58 HRC) を切削速度 200 m/min で切削した場合、夫々単一膜の場合に比較して、最大で 1.6 倍工具寿命が向上した。また、TiAlN 膜は切削速度 75 m/min で最大寿命 36 m であったことに対し、TiAlN 膜を下層にした TiSiN 膜積層被覆工具は切削速度 100 m/min で最大工具寿命 49 m を示し、切削速度を約 1.3 倍にしても工具寿命が約 1.3 倍に向上し、高硬度材の高速切削加工が可能であった。このことは、高硬度金型鋼の切削加工が高速化でき、金型加工方法の改善に貢献できるものである。さらに、高硬度材の高速切削では、工具表面に被覆する硬質膜の特性、特に膜硬度が高いことが工具の長寿命化に最も重要であることを明らかにし、切削工具に被覆する表面処理の開発指針を示した。

第 5 章では、TiAlN コーティング層上に TiSiN コーティング層を積層被覆した超硬エンドミルが高硬度金型鋼の高速切削で優れた耐摩耗性を示す理由を明らかにするため、切削後のコーティング層断面を、TiSiN 層の境界摩耗領域と中央摩耗領域、および先端摩耗領域の三つに分けて透過電子顕微鏡により観察した。その結果、先端摩耗領域における超合金母材とコーティング層の摩耗および変形の状態から、硬質なコーティング材料である TiSiN 膜は、耐摩耗効果に加えて、耐クラック性にも優れることが明らかとなり、高硬度材の高速切削で寿命が向上する。切れ刃エッジおよびその近傍では、上層に TiSiN 層があるにもかかわらず、TiAlN 層の厚さが減少しており、切れ刃エッジが摩

耗のみならず変形によって工具軸方向に後退した。変形の原因としては、TiSiN 層が消滅したことで発生した、超硬合金母材の Co の流出に伴う WC 粒子の緻密化による体積減少、および TiAlN 層に発生した多数のクラックで結晶粒界が分断されたことによる TiAlN 粒子の変形が考えられた。TiAlN 粒子の変形は、TiAlN 層内に発生したクラックによって柱状組織が傾いたことにあると推察された。さらに、切れ刃エッジ領域の TiAlN 層内では Al と Ti 成分移動が起こって Al 含有量の異なる TiAlN が存在した。このことは、スピノーダル分解が静的環境下のみならず動的な切削加工でも起こりうることが示唆された。

第 6 章では、本研究で得られた結果を総括した。AIP（アーキオンプレーティング法）による TiSiN 膜は、結晶粒子と非晶質相からなるナノサイズ複合膜であり、従来の硬質膜とは異なるメカニズムで硬化していることを明らかにした。また硬質膜の硬度を高め、同時に基材との密着性を向上させることにより、高硬度材をより高速で切削加工できることを明らかにした。本知見は、熱処理後の金型材を高能率で加工できる可能性を示唆しており、金型製作の短納期化に貢献できると確信する。