

# 密着性が高く摩耗に強い 硬質皮膜の低温形成技術

新潟大学 工学部 工学科 材料科学プログラム  
准教授 大木 基史

令和2年12月17日

# 高速度工具鋼について

- ・切削工具や金型材料として使用
- ・高い強度, じん性や耐摩耗性を有することが望まれる



熱処理条件や添加元素の調整  
による組織制御手法が主

# 高速度工具鋼への硬質皮膜付加

- ・コスト低減, 「寿命延伸」
- ・成形・加工の容易性の確保
- ・幅広い機能付与が可能, 「機能分担」



様々な硬質皮膜開発が進展  
= 工業的価値が高い

## 硬質皮膜付加の具体例

◎WC-Co皮膜 × 高速フレイム溶射(HVOF)

→皮膜施工時の熱的負荷による脆弱相形成

◎硬質薄膜(TiN等) × 物理・化学蒸着

→基材との密着性

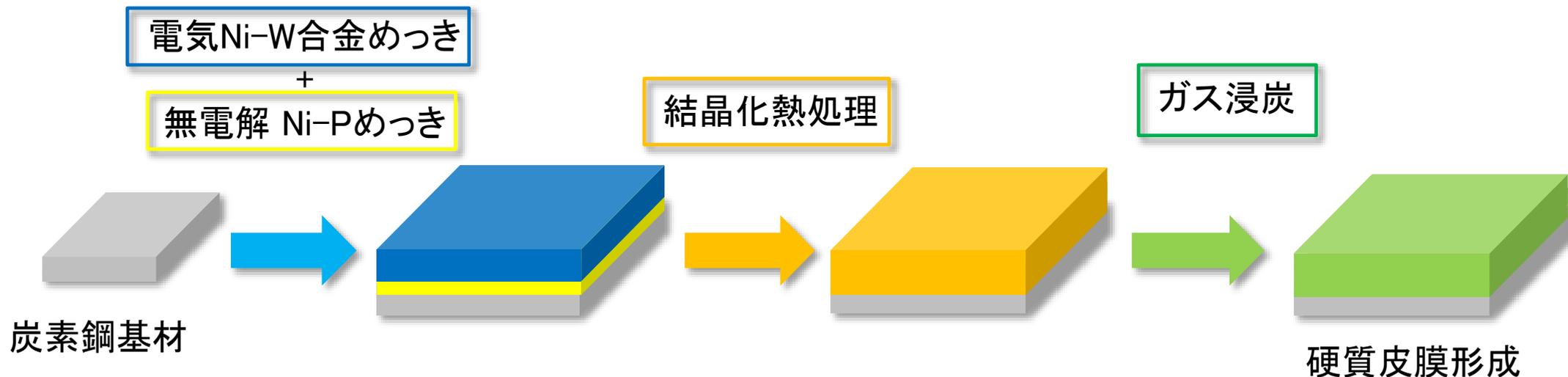


高強度・高密着性を有する  
硬質皮膜の必要性

# 本発表の技術的概要

- 湿式めっき・ガス浸炭複合法により、炭素鋼基材上にWC-Ni複合硬質皮膜を形成
- WC-Ni複合硬質皮膜の機械的特性（硬度，摩擦摩耗特性，密着性）を評価
- 対象材料との機械的特性の比較

# 皮膜作製方法



皮膜	めっき厚さ		結晶化熱処理		ガス浸炭処理	
	無電解	電気	温度(保持時間)	雰囲気	温度(保持時間)	雰囲気
①	≒ 1μm	≒ 2.5μm	~700°C(短)	H <sub>2</sub> +Ar	~950°C(短)	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> +Ar
②	↑	↑	// (中)	↑	↑	↑
③	↑	↑	// (長)	↑	↑	↑
④	↑	↑	↑	↑	// (長)	↑

# 観察・分析・評価方法

## 薄膜性状解析

- ・X線回折(XRD): Rint2100
- ・表面・断面観察: JSM-5310LVB SEM
- ・成分分析: JSM-6330F SEM & EDS

学内設備

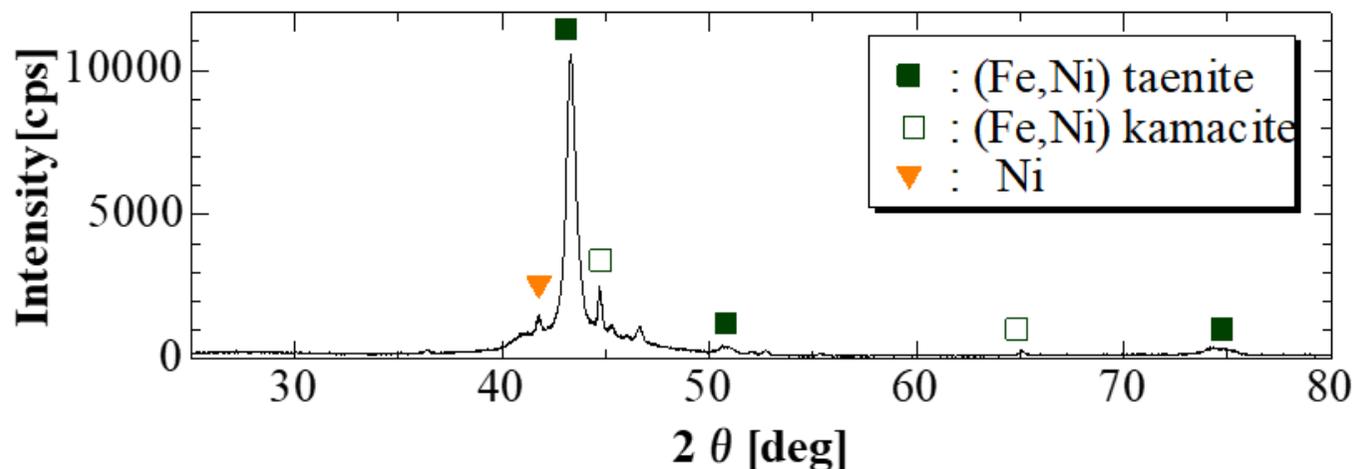
## 機械的特性評価

- ・表面硬さ試験: PICODENTOR HM500
- ・摩擦摩耗試験: Tribometer
- ・スクラッチ試験: Nanovea Macro Scratch tester

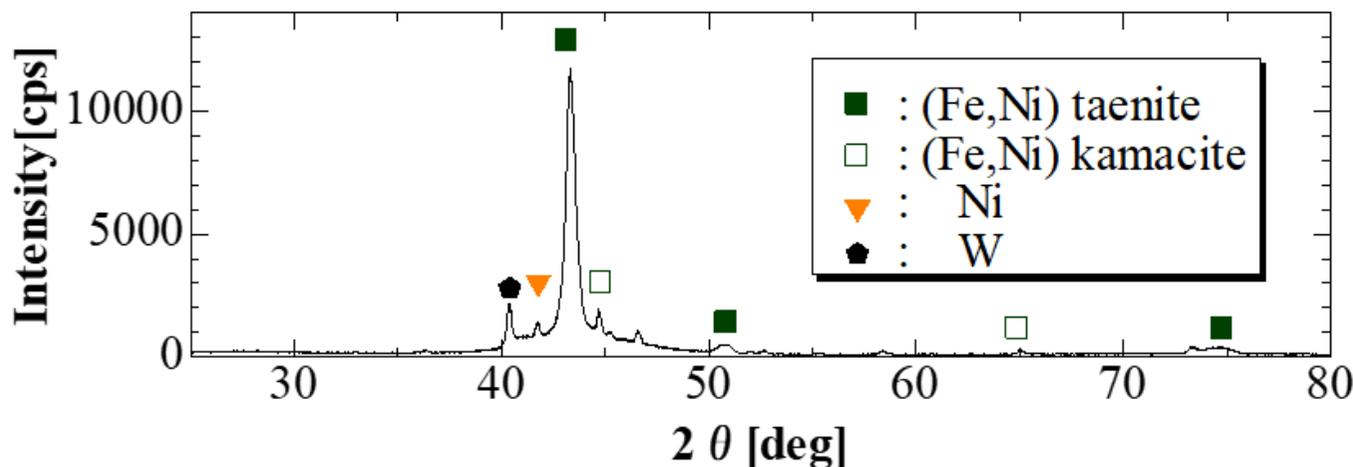
新潟県工業技術  
総合研究所設備

東京都立産業技術  
研究センター設備

# XRD結果(結晶化熱処理後)



皮膜①(結晶化熱処理保持時間:短)



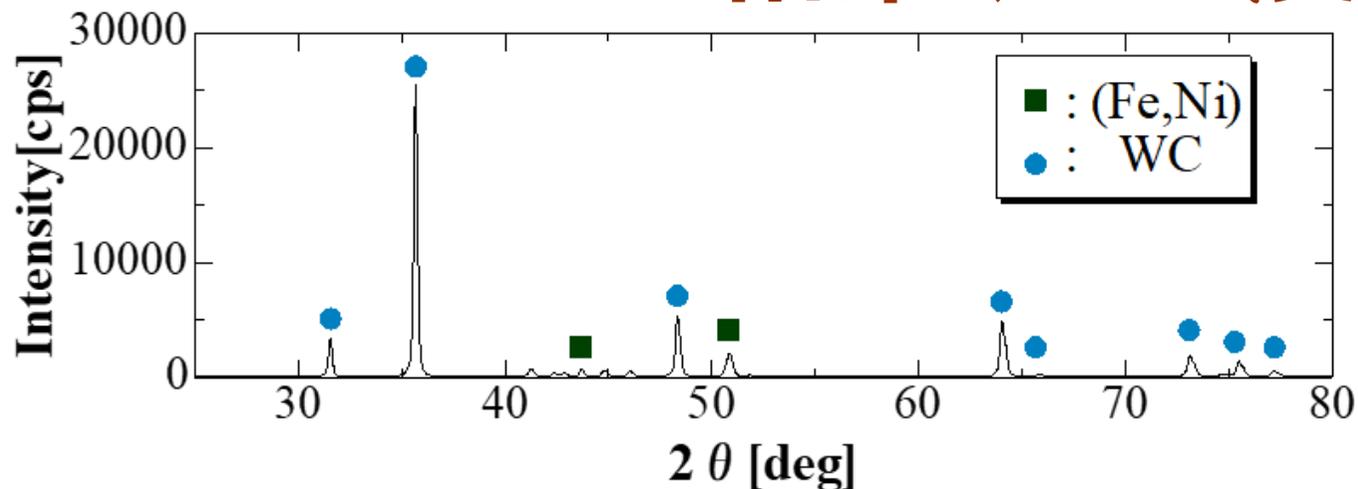
皮膜②(結晶化熱処理保持時間:中)

◎結晶化熱処理の  
保持時間延伸に  
伴い,

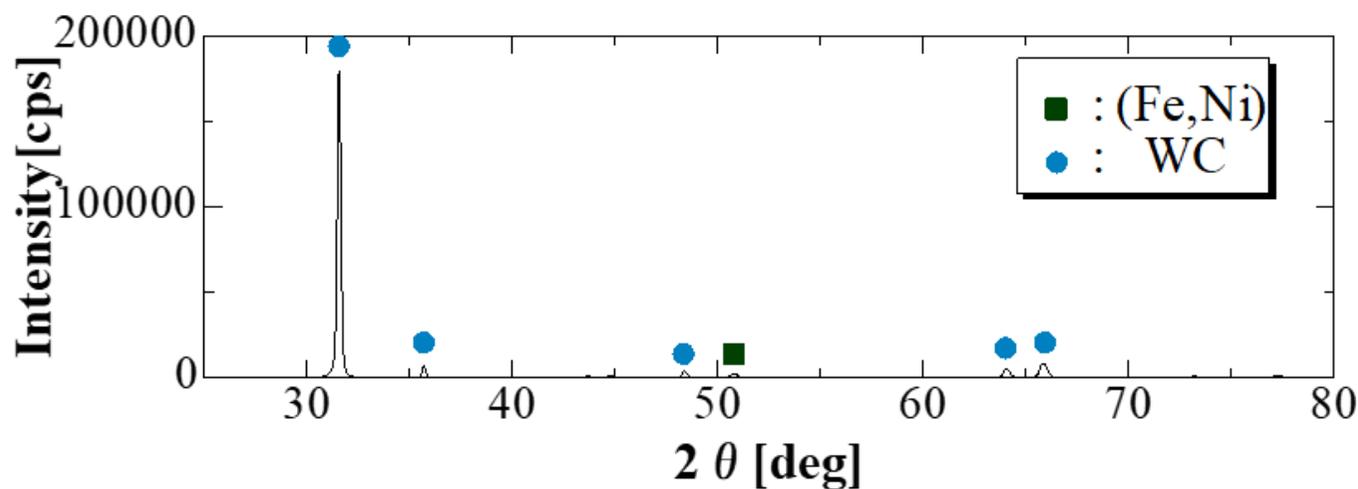
- 「Ni母相の結晶化」  
+  
▪「Ni母相中に固溶し  
ていたWの析出・  
結晶化」

が同時に進行

# XRD結果(ガス浸炭後)



皮膜①(結晶化熱処理保持時間:短)



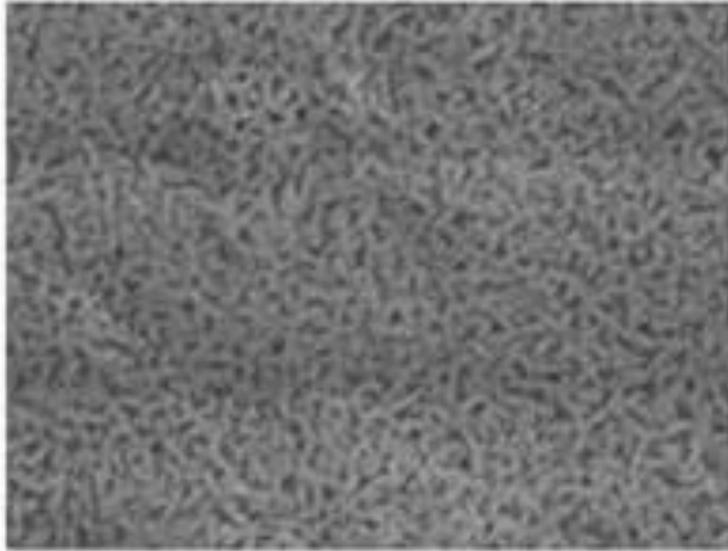
皮膜②(結晶化熱処理保持時間:中)

◎ガス浸炭付与により、回折パターン  
の異なるWC結晶  
が形成



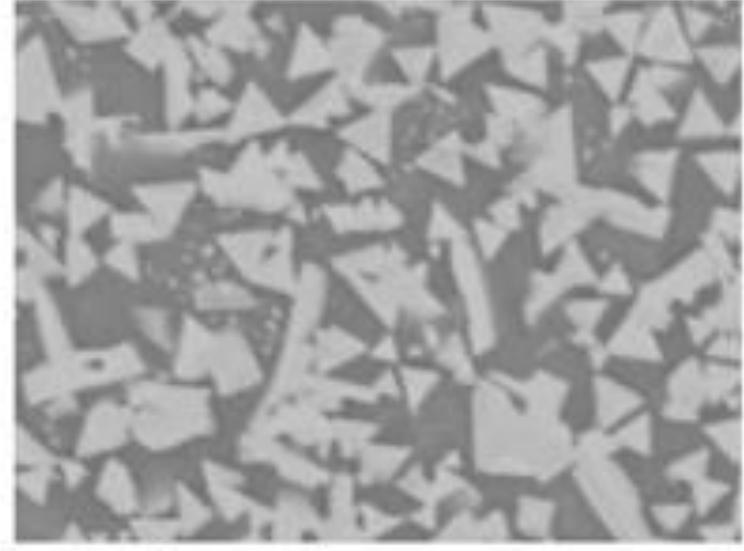
形成されるWC結  
晶の配向に対する  
結晶化熱処理条件  
の影響

# 表面SEM観察結果(ガス浸炭後)



皮膜①

(結晶化熱処理保持時間:短)



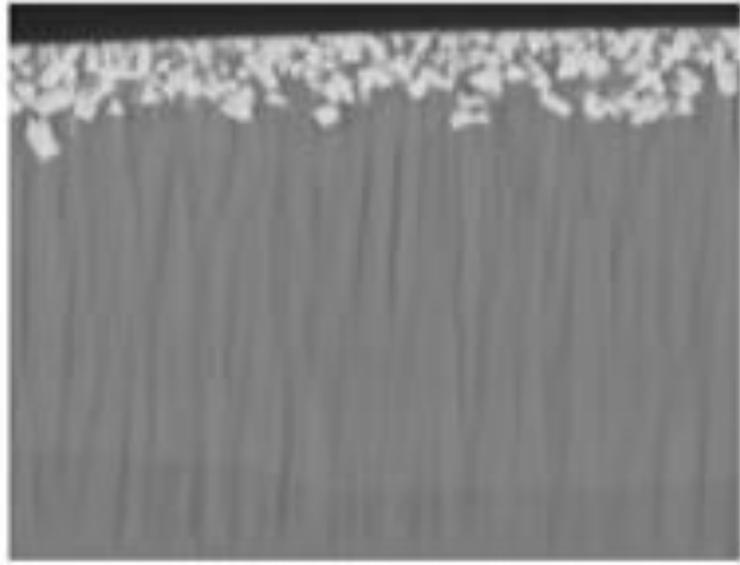
皮膜②

(結晶化熱処理保持時間:中)



結晶化熱処理条件の変更により, 形成される  
WC-Ni複合硬質皮膜の組織制御が可能!

# 断面SEM観察結果(ガス浸炭後)



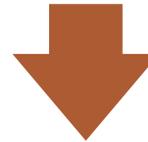
皮膜①

(結晶化熱処理保持時間:短)



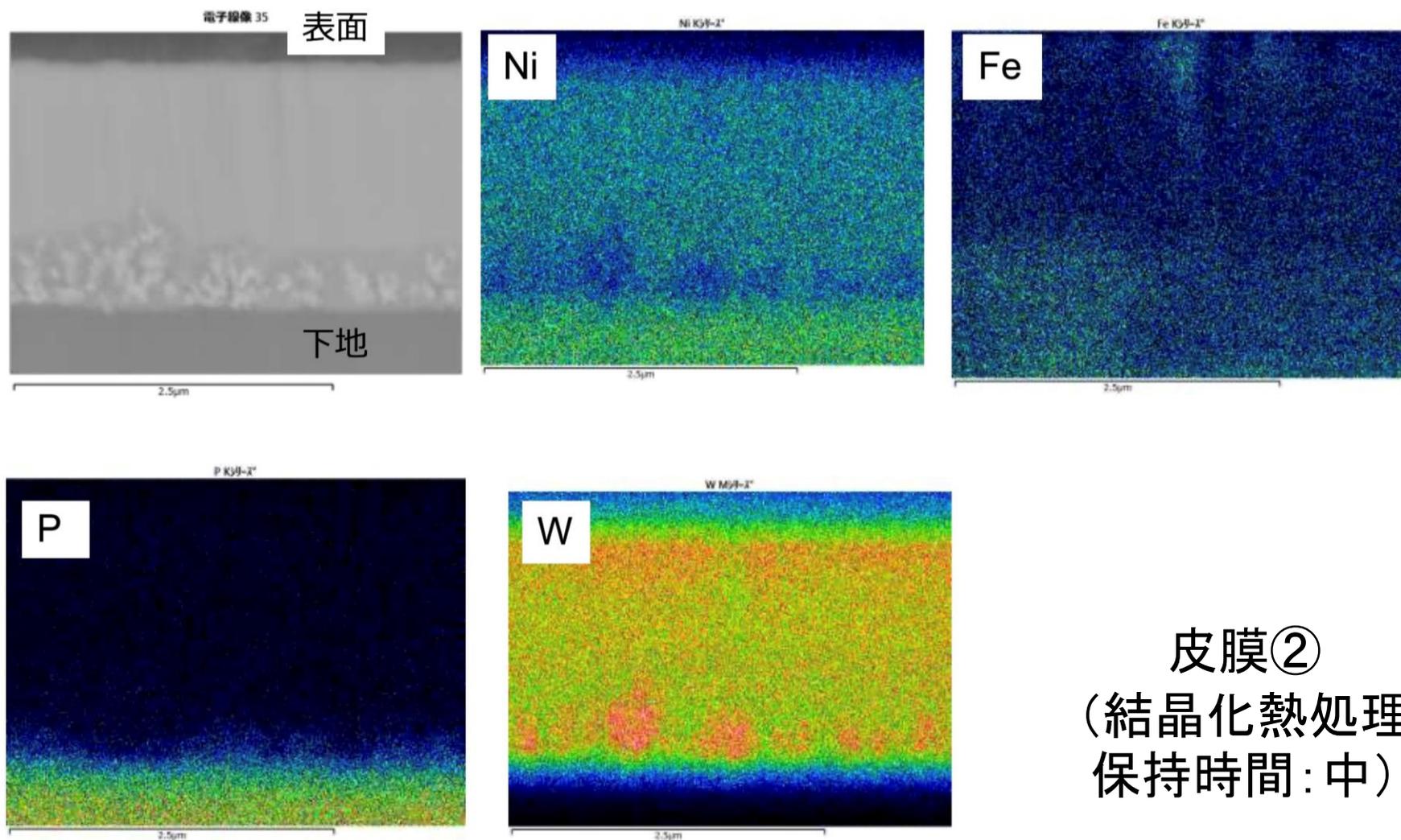
皮膜②

(結晶化熱処理保持時間:中)



皮膜②においてWC結晶が皮膜厚さ方向に優先的に配向した、特異的な微細組織が形成された

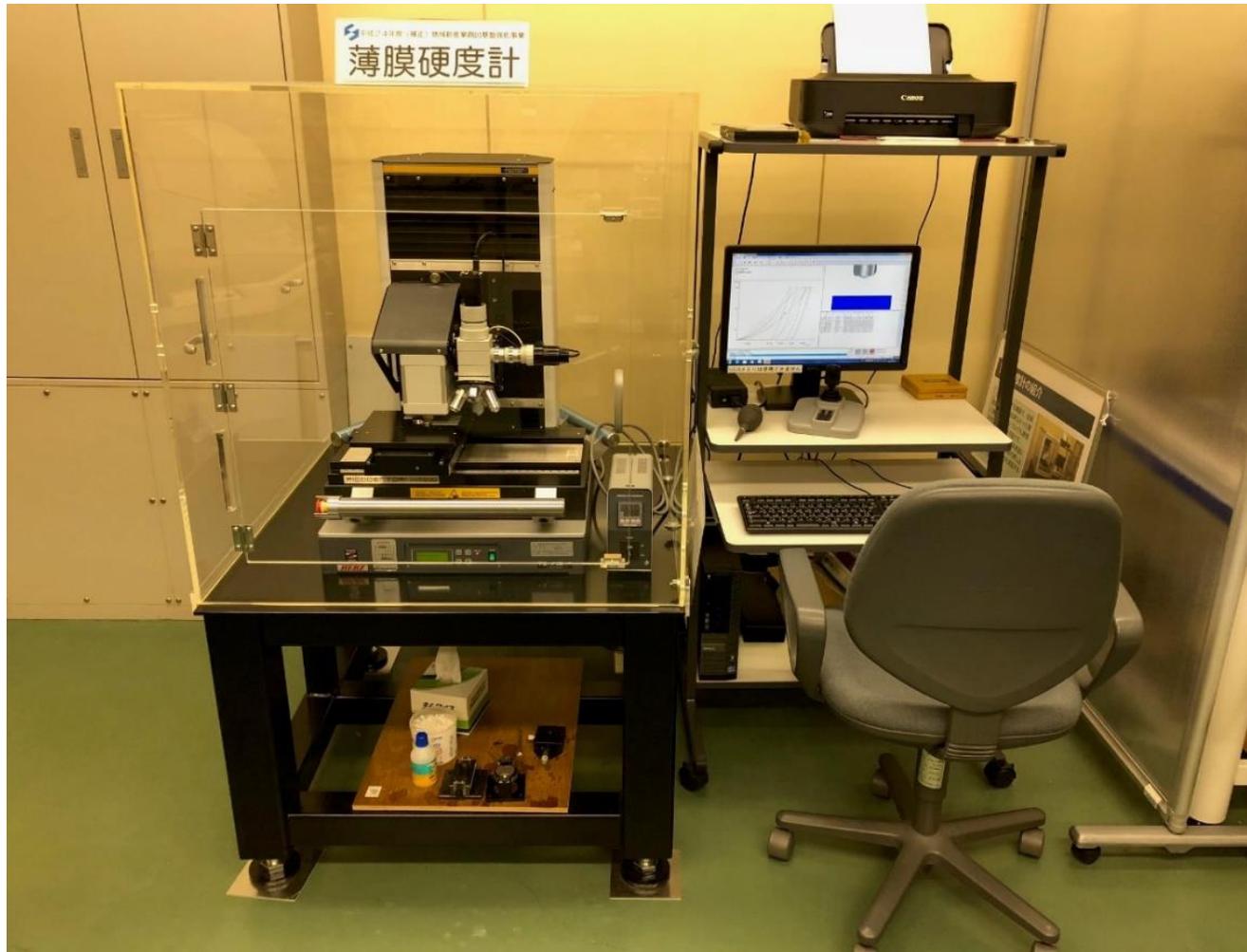
# 断面成分分析結果（結晶化熱処理後）



皮膜②  
(結晶化熱処理  
保持時間:中)

Wの析出状態に依存して、ガス浸炭時のWC形成形態が変化する？

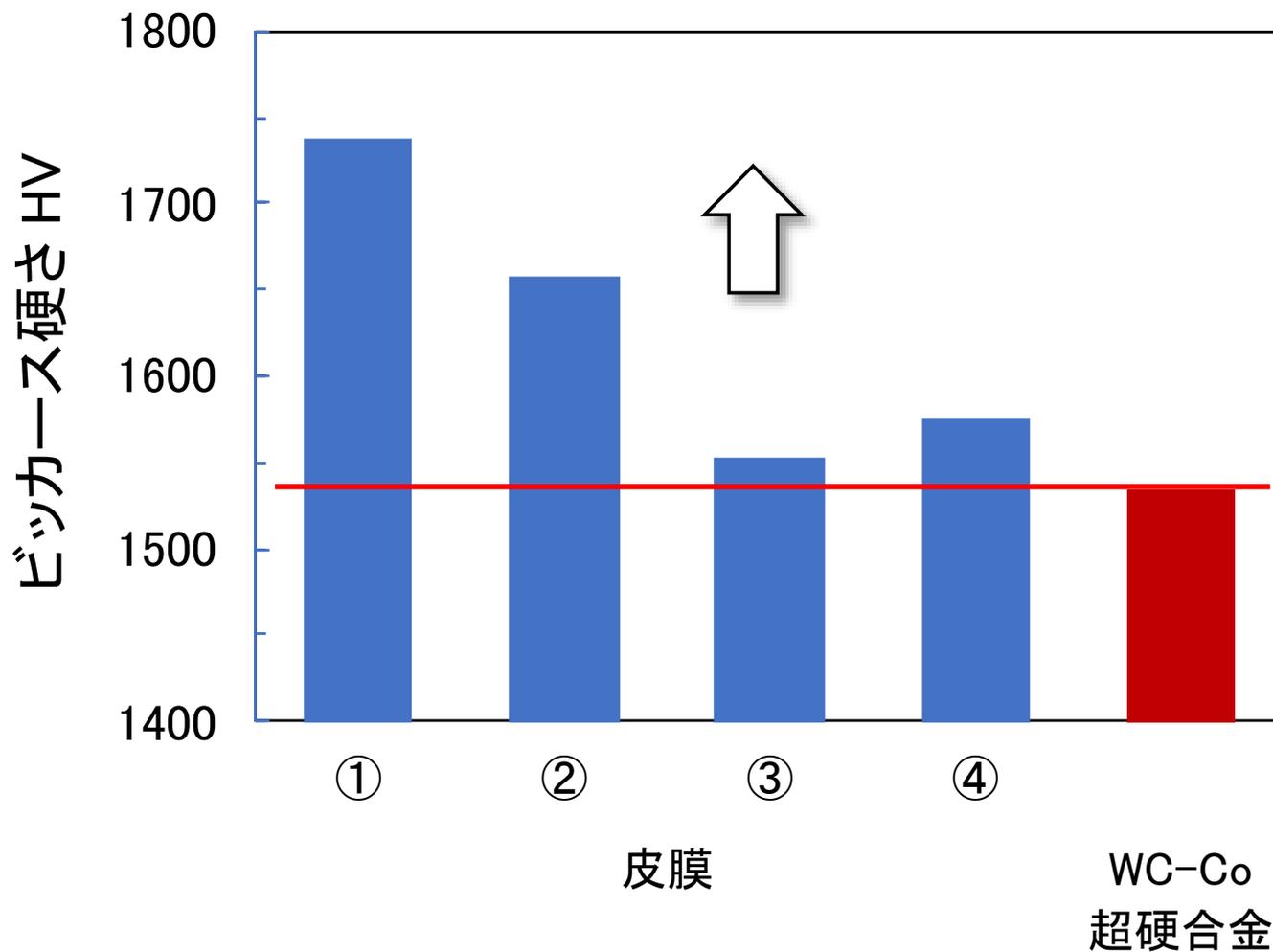
# 表面硬さ試験方法・条件



- ・試験力: 9.8mN (1gf)
- ・負荷速度: 9.8mN/10s
- ・試験回数: 10回
  
- ・解析方法: ISO14577  
に準拠して $H_{IT} \rightarrow HV$   
換算
- ・修正トンプソン $\tau$ 法による異常値排除実施

フィッシャー・インストルメンツ PICODENTOR  
HM500 外観

# 表面硬さ試験結果



◎条件の異なる全てのWC-Ni複合硬質皮膜

一般的なWC-Co超硬合金を上回る硬さ値を示した

皮膜①～④とWC-Co超硬合金における表面硬さの比較

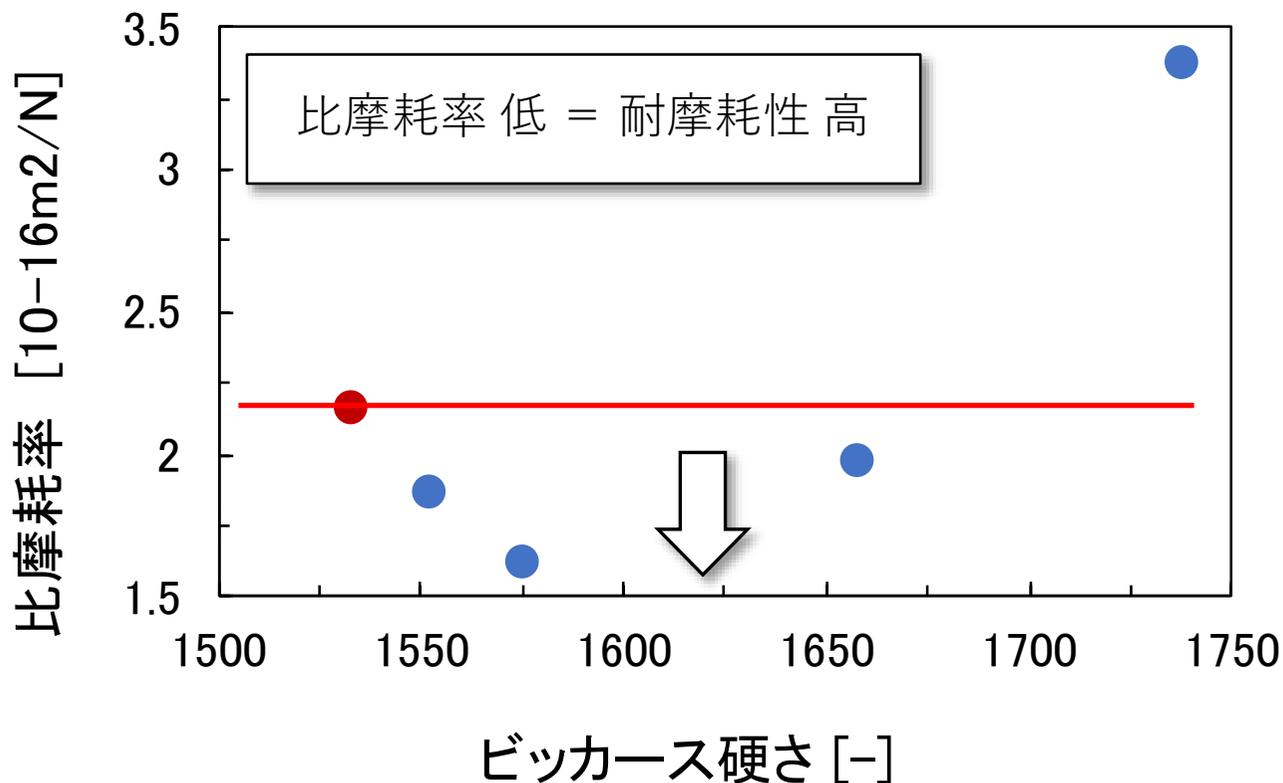
# 摩擦摩耗試験方法・条件



CSM instruments Tribometer 外観

- 垂直荷重: 10 N
- 摺動円半径: 3 mm
- 摺動速度: 0.2 m/s
- 摺動距離: 1000 m
  
- 解析方法: ISO18535  
に準拠して, 摩耗痕の  
SEM観察画像から比  
摩耗率 $W_{s[disk]}$ 算出
- 摩耗痕断面積: 接触片  
と摩耗痕の幾何学的  
関係より算出

# 摩擦摩耗試験結果



皮膜②～④において  
WC-Coを上回る耐摩  
耗性を示した

- 皮膜①: 硬さ値は  
最高であった反面,  
耐摩耗性は劣る



○WC粒子形状に起  
因?

皮膜①～④とWC-Co超硬合金における表面硬さと比摩耗率の関係

	皮膜				WC-Co
	①	②	③	④	
比摩耗率 [10 <sup>-16</sup> m <sup>2</sup> /N]	3.37	1.97	1.86	1.61	2.16

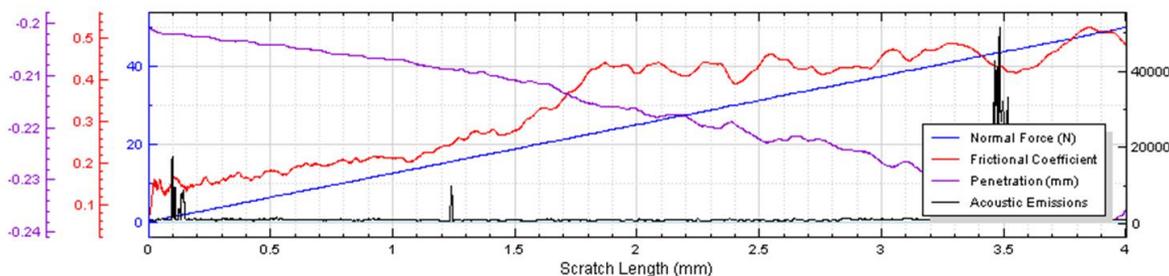
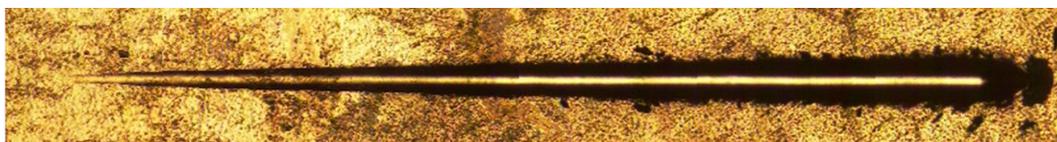
# スクラッチ試験方法・条件



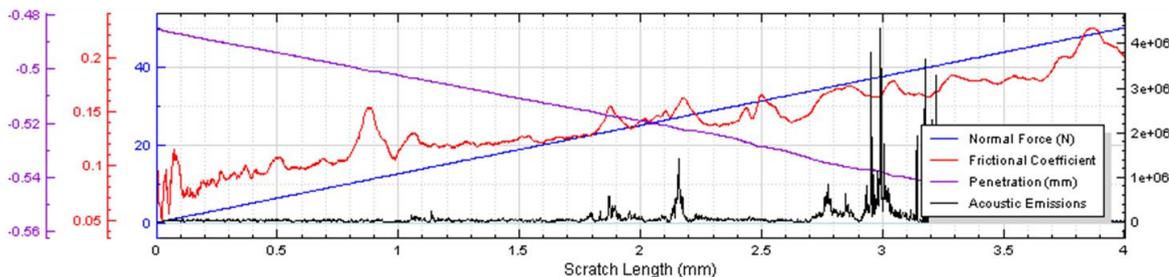
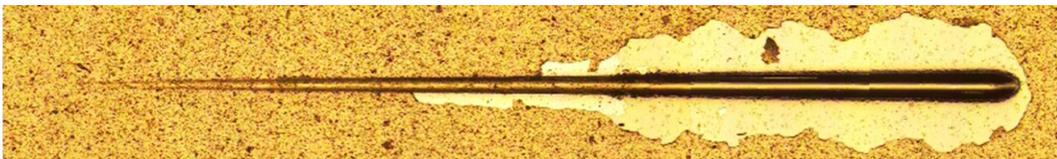
- 最大荷重: 50 N
- 負荷速度: 50 N/min
- スクラッチ長さ: 4 mm
  
- 垂直荷重に対する圧子降下深さ, 摩擦係数, アコースティックエミッション(AE)信号の変動をリアルタイムで計測

MicroPhotonics Nanovea Macro Scratch tester  
外観

# スクラッチ試験結果



皮膜②(結晶化熱処理保持時間:中)



TiCrN硬質薄膜

- ・皮膜②においては明瞭な皮膜剥離は発生せず、またAEカウント・圧子降下深さも少なかった



本技術で形成した皮膜は、TiCrN硬質薄膜より優れた皮膜密着性を示した

# 新技術の特徴まとめ（従来技術との比較）

①高硬度・高耐摩耗性の硬質皮膜形成が可能

→WC-Co超硬合金を上回る機械的特性

②皮膜／基材間の密着性が高い

→皮膜剥離が発生しない

③低温プロセス

→950°C以下でWC粒子を形成

## 想定される用途

- 金型材料の耐摩耗皮膜として適用することで、**金型寿命延伸によるコスト低減効果**が大きいと考えられる。
- 上記以外に、**摩耗低減による寸法精度向上効果**が得られることも期待される。
- また、達成された耐摩耗性や密着性に着目すると、**高速度鋼工具用保護皮膜**といった用途に展開することも可能と思われる。

# 実用化に向けた課題

- 施工条件により複合皮膜組織の制御が可能な点を示した。しかし、**組織制御のメカニズム解明**や、**施工条件最適化**が未完結である。
- 今後、施工条件の最適化を進めるとともに、**皮膜作製設備のスケールアップ**や**汎用化**に関する検討も着手する。
- 実用化に向けて、**実際の金型に適用した際の耐久性試験**を実施する必要もあり。

## 企業への期待

- 組織制御のメカニズム解明に関する研究



新潟県工業技術総合研究所と既に開始済

- 企業に対して希望すること



この新技術の実用化に関する  
検討への協力

## 共同研究先としての具体例

- 皮膜作製設備のスケールアップや汎用化に関する検討



めっきや熱処理／ガス浸炭の技術を有する企業

- 実製品に適用した際の耐久性の検討



金型／工具メーカー

# 本技術に関する知的財産権

- 発明の名称 : 高硬度・耐磨耗性部材および高硬度・耐磨耗性部材の製造方法
- 出願番号 : 特願2020-187486
- 出願人 : 国立大学法人新潟大学
- 発明者 : 大木基史

# お問い合わせ先

## 新潟大学地域創生推進機構

**TEL 025-262-7554**

**FAX 025-262-7513**

**e-mail; onestop@adm.niigata-u.ac.jp**