

DLC/AIN 複合表面改質を施したアルミニウム合金の疲労信頼性評価

中村 雅史^{*1}, 高森 悠紀^{*2}

Fatigue reliability evaluation of aluminium alloy coated with Diamond-Like Carbon/AIN hybrid coatings by UBMS

Masashi NAKAMURA^{*1} and Yuki TAKAMORI^{*2}^{*1}Department of Intelligence System Engineering, College of Engineering, Ibaraki University
4-12-1 Nakanarusawa-cho, Hitachi-shi, Ibaraki 316-8511, Japan^{*2}Graduate School of Intelligence System Engineering, Ibaraki University
4-12-1 Nakanarusawa-cho, Hitachi-shi, Ibaraki 316-8511, Japan

Received 5 April 2016

Abstract

In our previous study, it was found that the wear life of the DLC/AIN hybrid film compared with a DLC film deposited directly onto Al-alloy could be improved by controlling the hardness of the AIN intermediate layer film. However, the hard coating like above films has a possibility to decline the fatigue strength of based material. In the present study, to ensure the fatigue reliability of Al alloy coated with DLC/AIN hardness gradient hybrid film, the fatigue strength and the fatigue failure mechanism were investigated. Fatigue strength of A7075 alloy coated with DLC/AIN hybrid film in lower stress side was higher than the untreated material, but that in higher stress side was almost the same as the untreated material. Compressive residual stress of A7075 alloy coated with DLC/AIN composite film was larger than the untreated material. From the observation of crack initiation part in the fracture surface of the A7075 alloy coated with DLC/AIN hybrid film by SEM, micro cracks in AIN film were found to be generate from the interface between Al base material and AIN film by the local plastic deformation in Al base material. Since the DLC film with a high fracture toughness values obstruct that micro cracks came out to the film surface, the initiation of a main crack was delay. As the result, the fatigue life of DLC/AIN hybrid coating material was improved. DLC/AIN hybrid coating is considered to represent a simple and effective means of improving the wear resistance and fatigue reliability of Al-alloy components commonly used within the aerospace and automotive industries.

Key words : Fatigue reliability, Surface modification, Thin film, DLC, AIN, Redidual stress, Fracture toughness

1. 緒 言

近年、自動車や航空機などの輸送機器分野においてアルミニウム (Al) 合金の利用が増加している。これらの輸送機器分野の機械部品には、強度、耐摩耗性はもちろんのこと摺動特性が重要視されている。しかし Al 合金は、耐摩耗性に乏しいという問題点を有しており、さまざまな表面改質技術が積極的に利用されている。特に DLC (Diamond-Like-Carbon) 膜は高硬度を有し、優れた耐摩擦摩耗性を示すことから Al 合金の耐摩耗性の改善に有効であると考えられる (Horiuchi et al., 2012, Lifang et al., 2004, 鈴木, 池永, 2003)。しかし、Al 合金に高硬度の DLC 膜を被覆した場合には、基材と膜の硬度差や密着性の低下が懸念される (Nakamori et al., 2006, Xua et al., 2008, Nair et al., 2008)。そこで、著者らは、UBMS (Unbalanced Magnetron Sputtering) 法による成膜工程のみで Al 合金と硬質膜との密着性を改善する方法について検討している。その中で DLC 膜と Al 合金の硬度差の緩和に着目して、中間層に硬度を傾斜させた窒化アルミニウム (AIN) 膜を成膜した DLC/AIN 複合膜は、密着性が改善され、摩擦摩耗特性が大幅に改善できることを報告している (Nakamura et al., 2015)。しかしながら、DLC 膜のような硬

質膜を成膜した材料は疲労強度が低下してしまう等の問題点が報告されている (Baragetti et al., 2009, Zalnezhad et al., 2014, Slamecka et al., 2015, 塩澤他, 2001). また一方で, DLC 膜のみを成膜した材料の疲労特性 (森田他, 2006) や基材硬化処理と DLC 膜の複合処理を施した材料の疲労特性 (谷口他, 2007, Morita et al., 2012) が向上する例も多く報告されている. そこで本研究では, 上記の摩擦摩耗性を改善させることができた DLC/AlN 複合表面改質を施した Al 合金について, その疲労信頼性を保証するために疲労試験を実施し, 疲労強度が低下するか否か調べた. さらに疲労破壊メカニズムまで掘り下げて実証的な検討を行った.

2. 供試材および実験方法

2.1 供試材

基材には Al 合金の中でも強度に優れた A7075-T6 合金を用いた. 供試材は図 1 に示す疲労試験片形状に機械加工した後切欠き部をエメリー紙 (#600~#2000) およびアルミナ粉末 (ϕ 1.0, 0.3, 0.05 μ m) で鏡面状に研磨し, 超音波洗浄を行った. これらの供試材に対し UBMS 法により DLC/AlN 硬度傾斜複合皮膜を成膜した (以後 DLC/AlN 材と称す). 図 2 に皮膜の積層構造の概略図および断面の写真を示す. 中間層の AlN 膜は Al ターゲット板を用い, N_2 ガスと Ar ガスの混合気体による反応性 UBMS で蒸着した. AlN 膜の硬さは成膜時の N_2 の導入量によって制御した. すなわち, AlN 膜を段階的に軟らかい膜から硬い膜へと硬度を変化させて積層するために, 成膜時の N_2 ガス導入量を 13 ml/min から 20 ml/min まで, 1 ml/min ずつ 8 段階に増加させることで, 硬さを 6 から 25GPa に増加させて成膜した (Nakamura et al., 2015). スパッタ電力は 1 kW, バイアス電圧 50 V, ベース圧力 2.6×10^{-3} MPa, ヒーター温度を 473K として成膜した. 試験片近傍の温度は成膜開始直後が 353K であり, 成膜過程で徐々に上昇し, 成膜終了時が 373K であった. 成膜時間は 240 分である. AlN 膜の成膜後, DLC 膜を C ターゲット板を用い, CH_4 ガスと Ar ガスの混合気体により成膜した. また, DLC 膜と AlN 膜の中間層は W (タングステン) と DLC の Metal-DLC の傾斜膜とし, W ターゲット板のスパッタ電力を 1.0~0.09 kW と徐々に低下させ, C ターゲットのスパッタ電力を 0.5~1.0 kW と徐々に増加させた. 最表面の DLC 膜は, C ターゲットのスパッタ電力を 1 kW で一定とした. バイアス電圧は 100V, ヒーター温度を 473K として成膜した. 試験片近傍の温度は

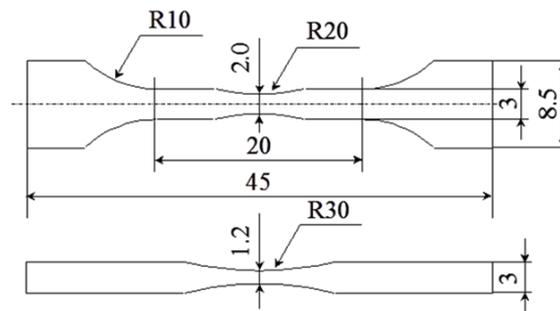


Fig.1 Shapes and dimensions of specimens.

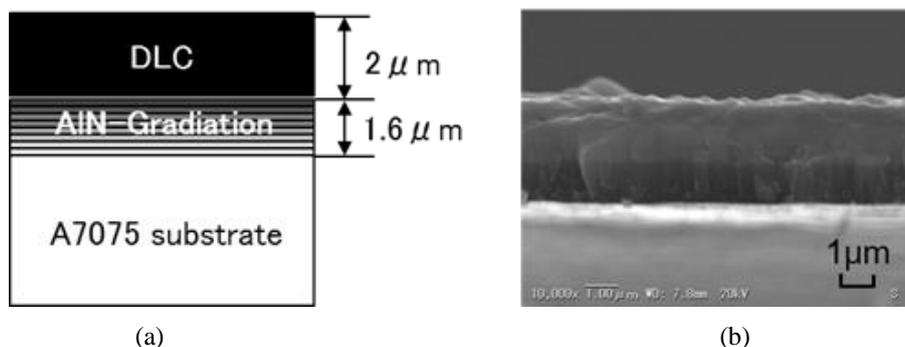


Fig.2 Schematic diagrams (a) and photographs (b) showing cross sections of DLC/AlN film.

成膜開始直後が 358K であり、成膜過程で徐々に上昇し、成膜終了時は 393K であった。成膜時間は Metal-DLC 膜が 206 min, DLC 膜が 100 min である。DLC 膜を成膜後、試験片の切欠き底の表面粗さをレーザー顕微鏡 (Olympus) にて測定した結果、 $R_a=0.034\ \mu\text{m}$ であった。DLC 膜の硬さは、超鋼合金上に成膜したものをダイナミック微小硬度計 (DUH-W201, Shimadzu) にて測定した結果、20 GPa であった。また、比較材として未コーティングの材料 (以後、未処理材) を用意した。

表 1 は未処理材、AIN 材および DLC/AIN 材の硬さ試験の結果である。硬さ試験は疲労試験片の端部の非成膜部分を使用してダイナミック微小硬度計により押込み荷重 100 gf, 負荷速度を 0.029 gf/sec, 保持時間を 5 sec で行った。表 1 より成膜前後で弾性率および硬さに変化が見られなかった。また、図 3 は室温のケラー氏液に約 30s 浸漬した各試料の光学顕微鏡による組織写真であるが、未処理材、AIN 材および DLC/AIN 材で組織形態に大きな違いは認められなかった。

2・2 試験方法

疲労試験は電気油圧式サーボ疲労試験機 (EHF-FB02, Shimadzu) を用いた。試験条件は振動数 30 Hz, 応力比 0.1 の正弦波荷重にて行った。試験後、走査型電子顕微鏡 (VE-7800, Keyence) により破面観察を行った。

3. 試験結果および考察

3・1 疲労試験結果

図 4 に疲労試験結果を示す。本図より、DLC/AIN 材は未処理材と比較して 150 MPa 以下の低応力振幅側で疲労強度が向上していることが分かる。 10^7 回疲労強度で比較すると約 1.4 倍の向上が認められる。一方、150 MPa 以上の高応力振幅側では未処理材とほぼ同程度となることが分かる。そこで、DLC/AIN 材の疲労強度が向上した要因が中間層の AIN 膜なのか、または DLC 膜の影響なのかを検討するために、中間層の AIN 膜のみを成膜した供試材 (以後 AIN 材) について疲労試験を行った。その結果を図 4 に併せて示すが、AIN 材の疲労強度は 130 MPa 以下の低応力振幅側では未処理材とほぼ同程度であり、それ以上の高応力振幅側では未処理材よりも低下することが分かった。以上から、DLC/AIN 膜の疲労強度が向上する要因は DLC 膜の影響が大きいことが分かった。

Table 1 Hardness and elastic modulus of A7075 substrate.

Samples	Elastic modulus [GPa]	Hardness [GPa]
Untreated	2.2	73
AIN coated	2.4	69
DLC/AIN coated	2.2	69

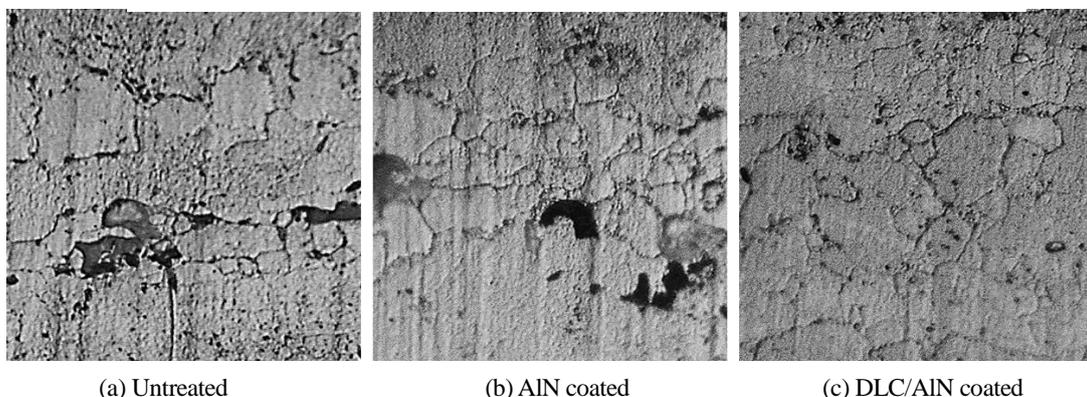


Fig.3 Optical microscopic image of the specimens.

3・2 残留応力の測定結果

DLC 膜を成膜した材料には圧縮残留応力が存在することが知られている (Holmberg et al., 2009, Deng and Braun,1996). そこで, マイクロ X 線残留応力測定装置 (RSF, Rigaku) により供試材の残留応力値を調べた. 測定条件を表 2 に示す. 残留応力は試験片の切欠き部近傍の任意の場所 10 箇所において, 皮膜直下の基材表面近傍を測定した. その平均値を図 5 に示すが, 各供試材において切欠き部の基材表面近傍には圧縮残留応力が存在していることが分かる. この中で DLC/AIN 材の圧縮残留応力が 202 MPa で最も高い. そこで, 基材に圧縮残留応力が生じる要因を検討した. まず, AIN 材の基材表面近傍の圧縮残留応力は AIN 膜の成膜時にエネルギーの高いスパッタ粒子によるピーニング効果で生じることが考えられる (英他, 1993). ガス圧が低いほど窒素ガスに衝突することなくスパッタ粒子が基板に到達するので, 窒素導入量が最も少ない第 1 層目が成膜されるときにピーニング効果が高くなり, 圧縮残留応力が基材に付与されることが示唆される. これと釣り合う引張残留応力は基材内部に存在していることが考えられる. 一方, DLC/AIN 材では, DLC 膜中の高い圧縮残留応力によって中間層である AIN 膜の残留応力成分が引張側に緩和されるものと考えられる. これに伴って Al 合金基材表面近傍では圧縮側に応力が緩和されるため, DLC/AIN 材の基材表面近傍では圧縮残留応力が AIN 材より高くなることが考えられる.

皮膜中に発生する残留応力のひとつに基材と皮膜の熱線膨張係数の差による熱残留応力がある. 熱残留応力 σ_{th} は以下の (1) 式で算出される (三木, 福垣内, 2011).

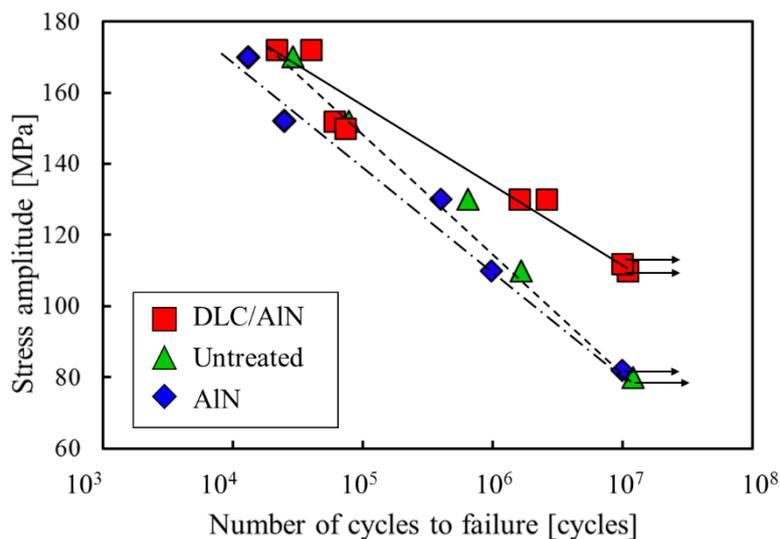


Fig.4 S-N curve of DLC/AIN coated, Untreated and AIN coated A7075 alloy.

Table 2 Condition of X-ray stress measurement.

Characteristic X-ray	CrK α (Filter:V foil)
Tube voltage	40kV
Tube current	30mA
X-ray optics	Parallel beam
Diffraction for stress measurement	Al(222)
ψ angle	0.0, 18.4, 26.6, 33.2, 39.2, 45.0 (deg)
Diffraction angle	156.97°
Collimator width	2mm

$$\sigma_{th} = \frac{E_f}{1-\nu_f} (\alpha_f - \alpha_s) \Delta T \tag{1}$$

ここで、 σ_{th} は熱残留応力、 E_f は皮膜のヤング率 GPa、 ν_f は皮膜のポアソン比、 α_f は皮膜の熱膨張係数 K^{-1} 、 α_s は基材の熱膨張係数 K^{-1} 、 ΔT は成膜時の室温との温度差 K である。この式を用いて各皮膜にどの程度の熱残留応力が相対的に生じるのかを求めた。表 3 に熱残留応力 σ_{th} の計算結果と各パラメータを示す。ここで、AIN 膜各層のヤング率は、成膜時の N_2 の導入量と弾性率の関係 (Nakamura et al., 2015) から求め、線膨張係数は DLC、A7075 合金および AIN (Eighth layer) はカタログ値、AIN の第 1 層から第 7 層の傾斜層は A7075 合金と AIN (Eighth layer) で線形近似した値を使用した。表 4 より、AIN 膜は皮膜中には圧縮残留応力が生じるが、傾斜構造を有するため、その値は基材側が小さく膜表面側ほど大きくなることが分かる。AIN 膜の基材直上部の圧縮残留応力は表面部の約 1/3 程度である。このことから基材表面近傍では AIN 膜から受ける圧縮応力の影響が小さい、すなわち基材が引張側への緩和する応力が小さいので、圧縮応力が残留しやすくなることが考えられる。一方、DLC 膜中の残留応力は AIN 膜と比較して 4 倍ほどに大きいことが分かる。

Table 3 Calculation results of thermal residual stress, and the parameters required for calculation.

Samples	ν_f	E_f [GPa]	α_f, α_s [$K^{-1} \times 10^{-6}$]	ΔT [K]	σ_{th} [MPa]
DLC	0.2	221	4.0	95	-1221
AIN Eighth layer	0.33	245	5.2	75	-299
Seventh layer	0.33	223	7.6	75	-272
Sixth layer	0.33	201	9.9	75	-245
Fifth layer	0.33	180	12.3	75	-220
Fourth layer	0.33	158	14.6	75	-193
Third layer	0.33	136	17.0	75	-166
Second layer	0.33	115	19.3	75	-140
First layer	0.33	93	21.7	75	-114
A7075	0.34	70	24.0		

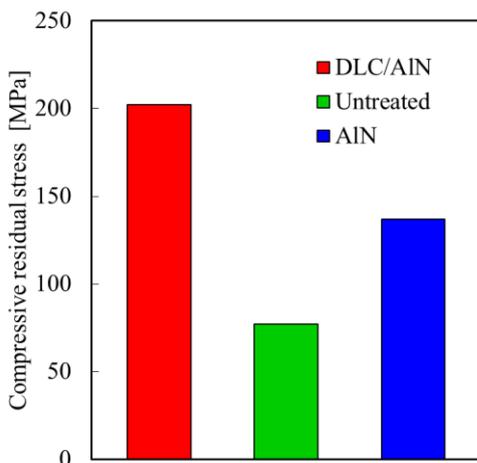


Fig.5 Results of measurements of residual stress of specimens.

Table 4 Relation between the residual stress of specimens and the tested stress amplitude σ_a and mean stress σ_m value.

Residual stress MPa			Load stress MPa	
AIN/DLC	Untreated	AIN	σ_a	σ_m
-202	-77	-137	170	208
			150	183
			130	159
			110	134
			80	98

このような残留応力は第一義的に平均応力として取り扱うことができ、圧縮残留応力はき裂を閉口させ、き裂の進展を抑制して疲労強度を向上させることが知られている(早山, 1975, 米谷, 豊田, 1989). そこで, 表4に各供試材の残留応力値と外部負荷による平均応力値について示す. 本表より切欠き部近傍に付加されている実質の平均応力値(平均応力値-残留応力値)は, DLC/AIN 材では応力振幅が 150 MPa 以下で負(圧縮), 未処理材では全ての応力振幅において符号が正(引張)となり, また, AIN 材では応力振幅が 130 MPa 以上で正(引張), 110 MPa 以下では負(圧縮)となっている. 従って, DLC/AIN 材の疲労強度が向上した要因は被覆による圧縮残留応力の影響が大きいと考えられる. 一方, AIN 材は未処理材よりも実質の平均応力が小さいにもかかわらず, 疲労強度が低応力振幅側では未処理材と同程度であるが, 高応力振幅側ではむしろ低下しており, 圧縮残留応力の影響のみでは説明できない.

3・3 SEM による破面観察

DLC/AIN 材の疲労強度向上の要因を検討するために, SEM による破面観察を行った. 図6に各応力振幅における各供試材の低倍率の破面写真を示す. それぞれ, 破壊基点部を矢印で示し, き裂進展領域を破線にて囲んだ. 表5に各供試材における破断面に対するき裂進展領域の割合を示す. 各応力振幅においてき裂進展領域の割合はほぼ同程度であり, 成膜の有り無しおよび皮膜の種類によって大きな相違は認められない.

そこで, き裂発生部の詳細な観察を行った. 図7に各応力振幅における各供試材の破壊基点部近傍の破面写真を示す. 図7より, 未処理材では各応力振幅において表面からき裂が発生しており, 大きな相違は認められない. AIN 材は, 各応力振幅において皮膜ははく離していないが, 図8に破面近傍の側面部の高倍率の写真で示すよう

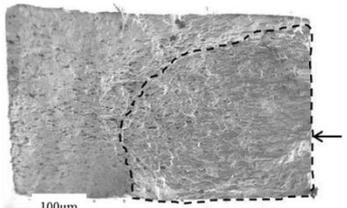
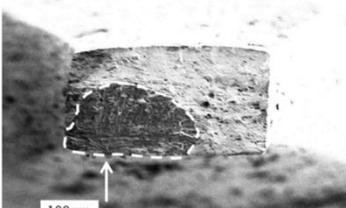
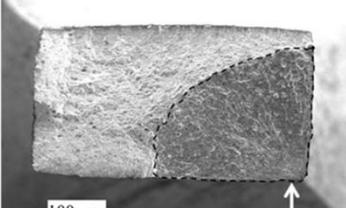
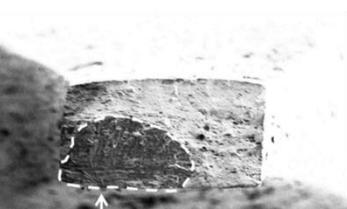
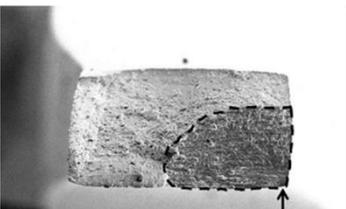
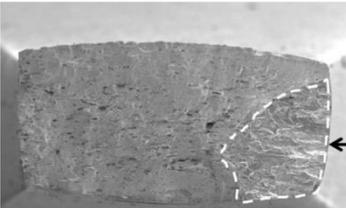
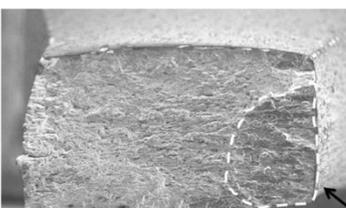
σ_a MPa	Untreated	AIN	DLC/AIN
130	 $N_f = 6.5 \times 10^5$ [cycles]	 $N_f = 4.0 \times 10^5$ [cycles]	 $N_f = 2.0 \times 10^6$ [cycles]
150	 $N_f = 7.8 \times 10^4$ [cycles]	 $N_f = 2.5 \times 10^4$ [cycles]	 $N_f = 5.9 \times 10^4$ [cycles]
170	 $N_f = 2.9 \times 10^4$ [cycles]	 $N_f = 1.28 \times 10^4$ [cycles]	 $N_f = 3.8 \times 10^4$ [cycles]

Fig.6 Fracture surface of specimens at low magnification by using SEM.

に、応力軸に対して垂直方向に無数の微小な皮膜の割れが発生していることが認められた。DLC/AIN 材では応力振幅 130 MPa および 150 MPa では皮膜ははく離していないが、170 MPa の高応力振幅側では、図 7 上に白線で囲んだように皮膜の一部が基材からはく離していることが分かる。また、破面の側面部には AIN 材のような微小なき裂は確認されないが、150 MPa および 170 MPa の側面部にはニキビ状の盛り上がり確認される。ここまでの観察結果から、AIN 材は AIN 膜が脆性的なため皮膜の割れが基点となり疲労破壊が生じていることが理解される。一方、DLC/AIN 材は DLC 膜が AIN 膜の割れを抑制していることが考えられる。

そこで、DLC/AIN 材および AIN 材の破壊起点部をさらに詳細に観察した。その結果を図 9 および図 10 にそれぞれ示す。図 9 より、DLC/AIN 材では応力振幅が 150 MPa 以上において基材に微小な塑性変形が生じていることが確認された。図 9 (b) の 150 MPa の破面では、塑性変形部から AIN 膜に向かってき裂が生じていることが確認できる。図 9 (c) の 170 MPa では塑性変形部で AIN 膜が完全にはく離している。一方、図 10 の AIN 材では各応力

Table 5 Ratio of crack growth area against the fracture surface.

Stress amplitude MPa	Ratio of crack growth area %		
	Untreated	AIN	DLC/AIN
130	40.3	54.6	41.1
150	36.2	33.7	36.6
170	16.8	18.7	25.3

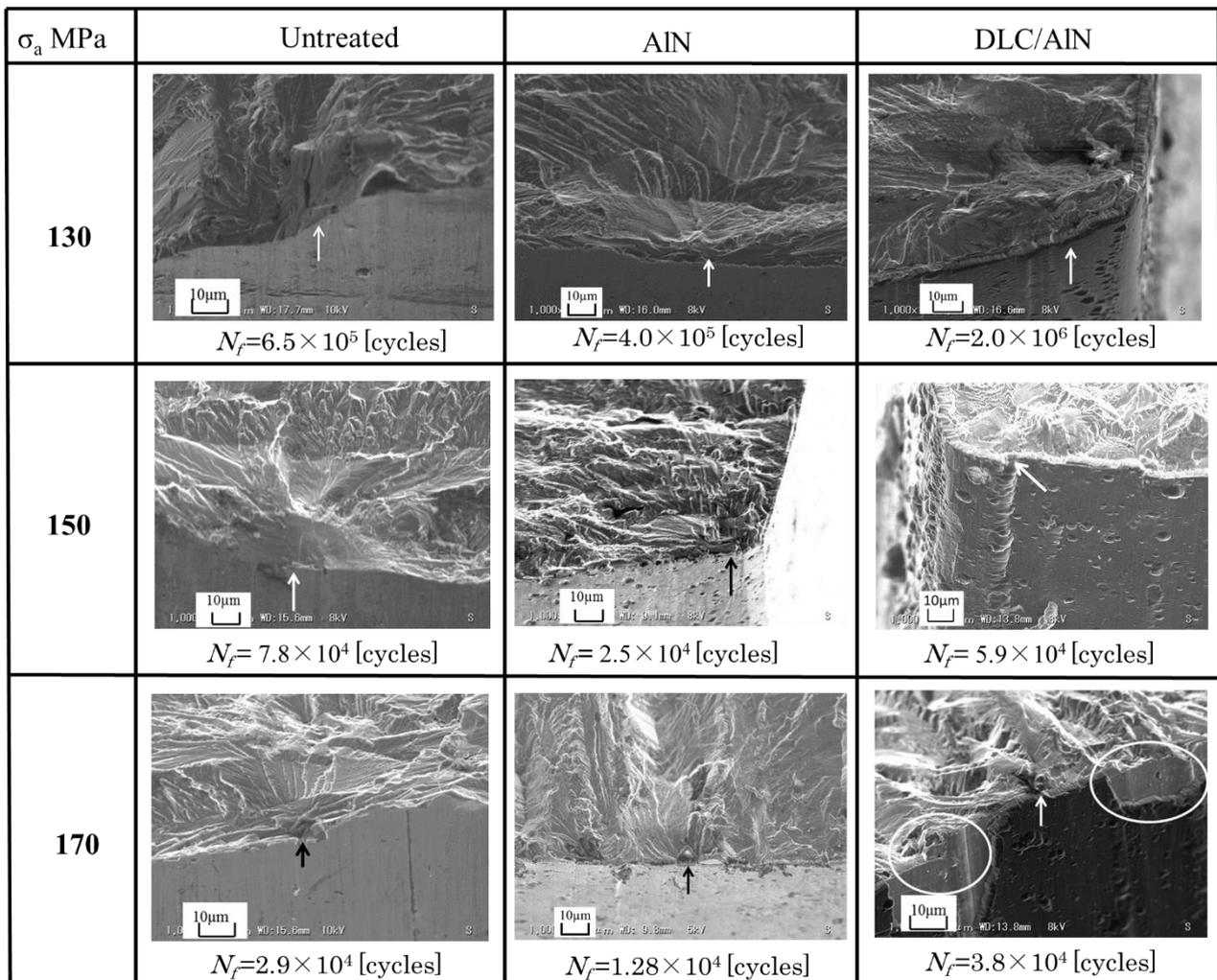


Fig.7 Magnified image in crack initiation area.

振幅において DLC/AIN 材のような基材の塑性変形および皮膜のはく離は観察されなかった。

3・4 皮膜の圧痕試験（皮膜の割れ易さの評価）

前節の破面解析結果から、AIN 膜では皮膜の表面に割れが発生し、DLC/AIN 膜では発生していなかった。そこで、ダイナミック微小硬度計による微小押し込み試験を行い、皮膜の割れやすさについて検証した。試験片は A7075-T6 合金を 20×20×5 mm の平板型に加工し、疲労試験片と同様な前処理を施したのち、DLC/AIN 膜および AIN 膜を成膜したものをを用いた。押し込み試験条件は、圧子を Berkovich 型ダイヤモンド圧子、押し込み深さを 1.5μm、負荷速度を 0.029 gf/sec、保持時間を 5 sec とした。このときの AIN 材と DLC/AIN 材の押し込み荷重はそれぞれ、19gf、26gf であった。図 11 に試験後の皮膜表面の圧痕を SEM で観察した結果を示す。図 11(a)の AIN 材では圧痕の周囲にき裂が発生していることが分かる。一方、図 11 (b)の DLC/AIN 材では圧痕の大きさが AIN 材に比べて約 60%程度であり、その周囲にき裂は発生していない。そこで、図 12 に示す Berkovich 型ダイヤモンド圧子の圧痕とき裂長さの関係から、式(1)を用いて破壊靱性値を算出した (Quinn and Bradt, 2007)。

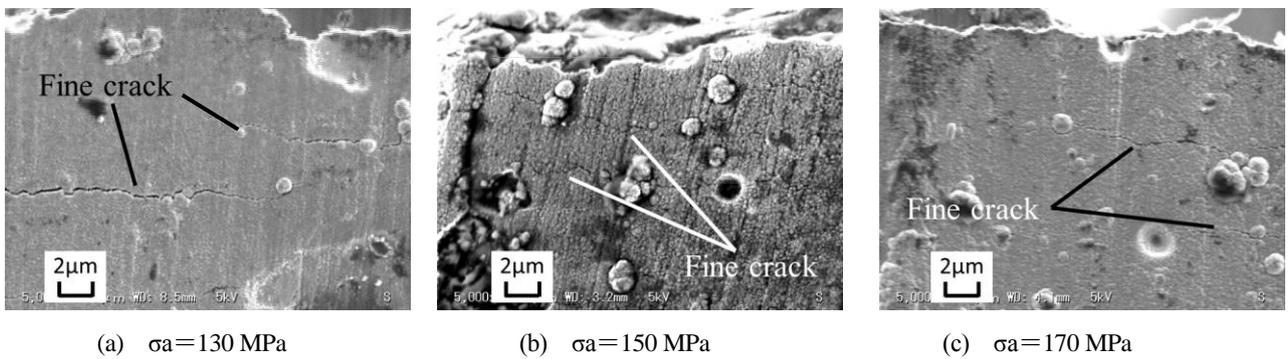


Fig.8 Magnified image in the side surface near the fracture surface of AIN coated materials.

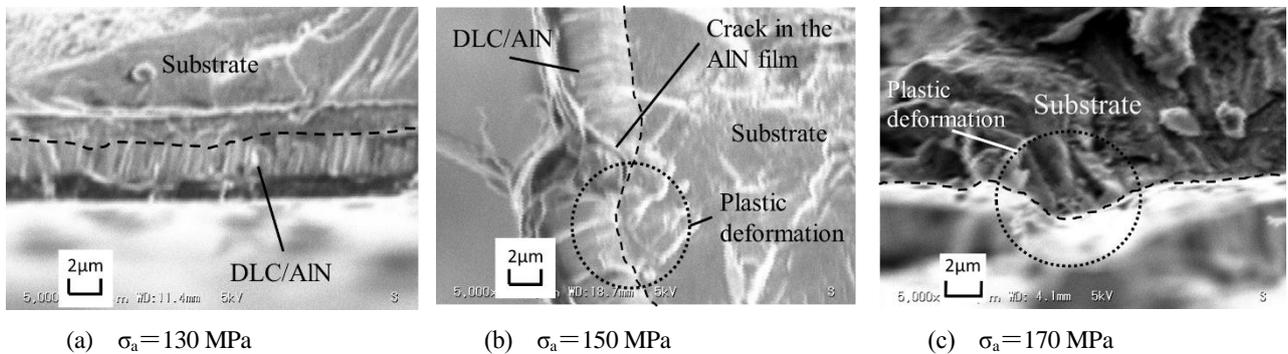


Fig.9 Magnified image in crack initiation area of DLC/AIN coated materials.

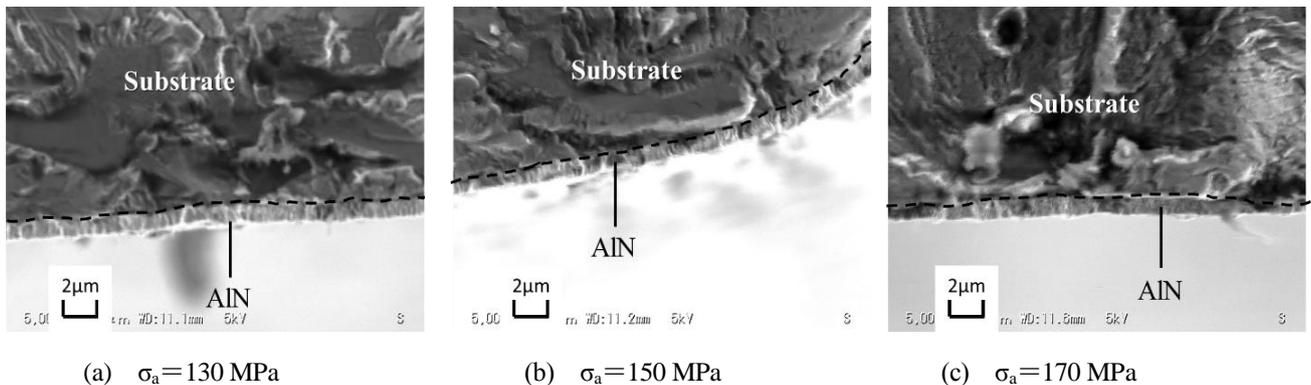


Fig.10 Magnified image in crack initiation area of AIN coated materials.

$$K_{IC} = 0.015 \left(\frac{l}{a} \right)^{-\frac{1}{2}} \cdot \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{2}{3}} \cdot \frac{P}{c^{\frac{3}{2}}} \tag{2}$$

ここで、 K_{IC} は破壊靱性値 $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 、 c は表面のクラック長さ m 、 a はくぼみの対角線長さ m 、 l は圧痕角部からのクラック長さ m 、 P は負荷荷重 MN 、 H は硬さ MPa 、 E は弾性率 MPa を示す。なお、皮膜の硬さ H および弾性率 E の値は A7075 合金上に成膜した皮膜の押し込み試験によって得られた結果から、DLC/AIN 膜は $H=7 \text{ GPa}$ 、 $E=100 \text{ GPa}$ 、AIN 膜は $H=5.5 \text{ GPa}$ 、 $E=65 \text{ GPa}$ をそれぞれ用いた。これらの H および E の値は軟質な Al 合金基材の影響を受けて超鋼合金上にて測定した値よりも低い値であるが、本研究では Al 合金上での割れ易さを相対比較するためこれらの値から計算した。その結果、破壊靱性値は DLC/AIN 膜が $5.2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 、AIN 膜が $0.2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ となり、DLC/AIN 膜は AIN 膜よりも 25 倍程度高いことが分かった。このことから、DLC/AIN 膜では表面の DLC 膜が割れにくく、AIN 膜は割れやすいことが理解された。

3・5 DLC/AIN 被覆 Al 合金の破壊メカニズム

以上の結果から AIN 材と DLC/AIN 材の破壊メカニズムを図 13 にそれぞれ示す。まず、AIN 材は脆性的な AIN 膜から微小な割れが発生し (図 13(a)-I)，これが主き裂となり基材側に進展する (図 13(a)-I，II) ことが考えられる。そのため、AIN 材では圧縮残留応力が未処理材よりも高いにもかかわらず、むしろ脆性的な皮膜により微小き裂が発生しやすくなるため疲労寿命が低下することが考えられる。

次に、DLC/AIN 材では DLC/AIN 膜は表面粗さが $Ra=0.034 \mu\text{m}$ と非常に小さく、また最表面の DLC 膜が高靱性のため、表面からき裂が発生し難いことが考えられる。そのためまず基材のすべりから微小な塑性変形が生じ、基材と AIN 膜の界面の盛り上がりが生じる (図 13(b)-I)。DLC/AIN 材の破面の側面部に認められたニキビ状の盛り上がりはこのときに生じたものであると考えられる。その後、この変形により基材側から表面方向に AIN 膜が割れる (図 13(b)-II) が、このとき高靱性を有する DLC 膜はこの割れが表面に出てくるのを遅延させる。すなわ

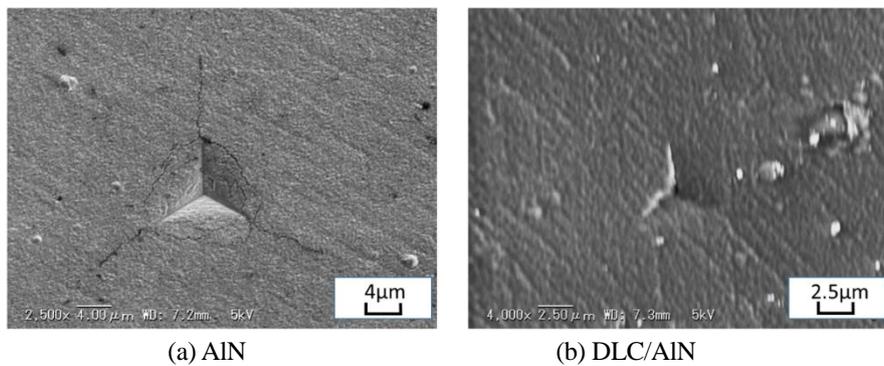


Fig.11 Observation of the indentation test results by using laser microscope.

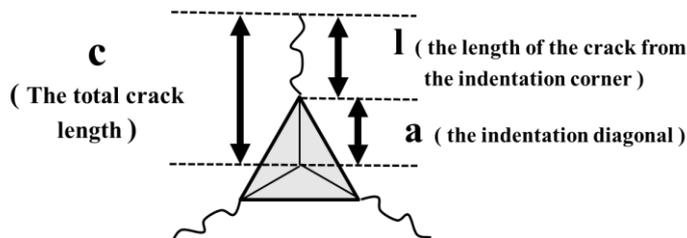


Fig.12 Dimensions and crack length in order to calculate the fracture toughness from the indentation of Berkovich type diamond indenter.

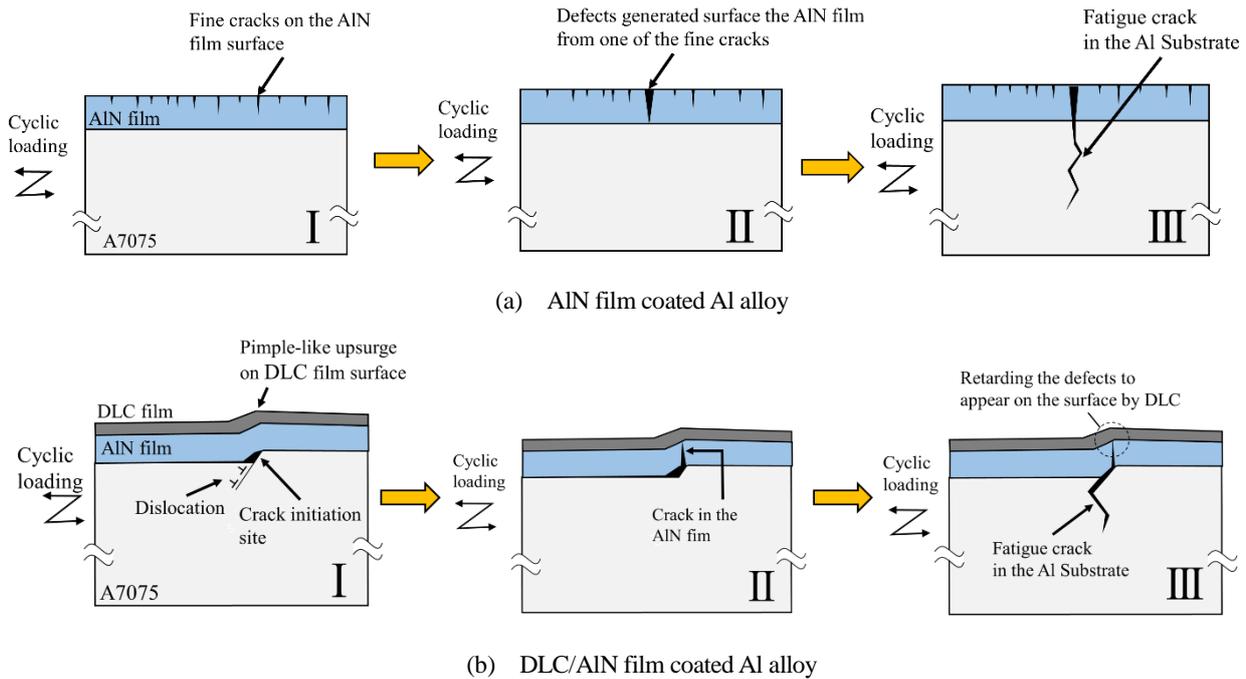


Fig.13 Schematic illustration of fatigue fracture mechanism of (a) AIN film coated and (b) DLC/AIN film coated Al alloy.

ち DLC 膜が疲労き裂の発生を抑制することが示唆される。その後、疲労き裂が基材側に進展する (図 13 (b)-III) が、このとき圧縮残留応力によって疲労き裂の進展が遅延されることが考えられる。DLC/AIN 材の寿命が特に低応力振幅側で長くなるのはこのことが要因であると示唆される。その後、疲労き裂が基材側に進展し破断する (図 13 (b)-III)。このような破壊メカニズムについては C.M. Lee らによっても報告されている (Lee et al., 2014, Jia et al., 2014)。一方、高応力振幅側でも同様な破壊メカニズムとなるが、基材の塑性変形が大きいいため、基材と AIN 膜の界面部からはく離の発生が顕著になり、DLC 膜の効果が小さくなることが考えられる。

以上から、DLC/AIN 複合表面改質 Al 合金は、耐摩擦摩耗性が改善されるばかりか、疲労強度も低下しないことが明らかとなった。このことから、DLC/AIN 複合表面改質 Al 合金は信頼性・安全性の観点からも実用部材として適用可能であると考えられる。

4. 結 言

本研究では、摩擦摩耗特性を改善できる DLC/AIN 複合表面改質を施した Al 合金の疲労信頼性を保証するために、疲労試験を実施し、疲労強度が低下するか否かを調べた。さらに疲労破壊メカニズムまで掘り下げて実証的に検討した。得られた結果を以下に示す。

- (1) DLC/AIN 材の疲労強度は、未処理材と比較して高応力振幅側では同程度であり、低応力振幅側では高かった。また、中間層の AIN 膜のみを施した材料の疲労強度は未処理材よりもむしろ低下した。
- (2) SEM による破面観察から、DLC/AIN 材のき裂発生部では Al 基材に微小な塑性変形が生じており、その変形部と皮膜の界面から AIN 膜が割れていた。
- (3) DLC/AIN 材の疲労寿命が未処理材に比べて向上するのは、高靱性の DLC 膜が上記の AIN 膜の割れを抑制して疲労き裂の発生を遅延させること、および基材表面の圧縮残留応力がき裂進展を抑制することが要因であることが示唆された。
- (4) DLC/AIN 硬度傾斜複合膜は Al 合金の摩擦摩耗特性を改善させるばかりでなく、疲労信頼性を低下させることのない成膜法であり、Al 合金の摺動部品への用途拡大に有効であると考えられる。

謝 辞

本研究は JSPS 科研費 25420005 の助成を受けたものである。

文 献

- Baragetti, S., Lusvarghi, L., Bolelli, G. and Tordini, F., Fatigue behavior of 2011-T6 aluminum alloy coated with PVD WC/C, PA-CVD DLC and PE-CVD SiO_x coatings, *Surface & Coatings Technology*, Vol.203 (2009), pp.3078-3087.
- Deng, J. and Braun, M., Residual stress and micro hardness of DLC multilayer coatings, *Diamond and Related Materials*, Vol.5 (1996), pp.478-482.
- Holmberg, K., Ronkainen, H., Laukkanen, A., Wallin, K., Hogmark, S., Jacobson, S., Wiklund, U., Souza, R. M. and Stahle, P., Residual stresses in TiN, DLC and MoS₂ coated surfaces with regard to their tribological fracture behavior, *Wear*, Vol.267 (2009), pp.2142-2156.
- Horiuchi, T., Yoshihara, S. and Iriyama, Y., Dry deep drawability of A5052 aluminum alloy sheet with DLC-coating, *Wear*, Vol.286-287 (2012), pp.79-83.
- 英崇夫, 日下一也, 富永喜久雄, 藤原春夫, スパッタリング生成による AlN 膜の残留応力の基板および基板温度依存性, *材料*, Vol.42, No.477 (2001), pp.627-633.
- Jia, H., Liu, F., An, Z., Li, W., Wang, G., Chu, J., P., Jang, S.C., Gao, Y. and Liaw, P. K., Thin-film metallic glasses for substrate fatigue-property improvements, *Thin Solid Films*, Vol.561 (2014), pp.2-27.
- Lee, C.M., Chua, J.P., Chang, W.Z., Lee, J.W., Jang, J.S.C. and Liaw P.K., Fatigue property improvements of Ti-6Al-4V by thin film coatings of metallic glass and TiN: a comparison study, *Thin Solid Films*, Vol.561 (2014), pp.33-37.
- Lifang, X., Zhaohui, Y. and Jiakuan, L., Effects of intermediate layers on the tribological behavior of DLC coated 2024 aluminum alloy, *Wear*, Vol.257, No.5-6 (2004), pp.599-605.
- 三木靖浩, 福田内学, Si 含有炭素系膜の機械的特性及び基材表面近傍における残留応力挙動, 奈良工業技術センター研究報告, No.13 (2001), pp.1-6.
- Morita, T., Hirano, Y., Asakura K., Kumakiri, T., Ikenaga, M., and Kagaya, C., Effects of plasma carburizing and DLC coating on friction-wear characteristics, mechanical properties and fatigue strength of stainless steel, *Materials Science & Engineering A*, Vol.558 (2012), pp.349-355.
- 森田辰郎, 富田幸太, 加賀谷忠治, 熊切正, 池永勝, DLC 被覆処理を施したステンレス鋼の疲労特性, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.72, No722 (2006), pp.1550-1555.
- Nair, R., Jiang, W. and Molian, P., Synthesis of diamond-like carbon coatings on aluminum 6061 T-91 substrates by laser sintering of ultra-nanocrystalline diamond powders, *Surface and Coating Technology*, Vol.202, No.13 (2008), pp.2935-2944.
- Nakamori, H., Tokimatsu, H., Kaga, K. and Hiratsuka, M., Influence of interlayer on wear characteristics of DLC films deposited on various aluminum alloys, *Journal of Japan Institute of Light Metals*, Vol.56, No.2 (2006), pp.77-81.
- Nakamura, M., Kubota, M., Suzuki, H. and Haraguchi, T., Wear and friction characteristics of AlN/diamond-like-carbon hybrid coatings on aluminum alloy, *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol. 24(10) (2015), pp.3789-3797.
- Quinn, G. D. and Bradt, R.C., On the Vickers indentation fracture toughness test, *Journal of American Ceramic Society*, Vol.90, No.3 (2007), pp.673-680.
- 塩澤和章, 小林弘和, 寺田正夫, 松井明, アルミニウム合金の疲労強度に及ぼすアルマイト被覆の影響, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.67, No.662 (2001), pp.1639-1646.
- Slamecka, K., Celko, L., Skalka, P., Pokluda, J., Nemecek, K., Julis, M., Klakurkova, L. and Svejcar, J., Bending fatigue failure of atmospheric-plasma-sprayed CoNiCrAlY+YSZ thermal barrier coatings, *International Journal of Fatigue* Vol.70, (2015), pp.186-195.
- 早山徹, 高周波焼き入れ材の疲れ強さに及ぼす残留応力の影響, 日本機械学会論文集, Vol. 41, No.343 (1975), pp.721-727.
- 鈴木秀人, 池永勝, 事例で学ぶ DLC 成膜技術, 日刊工業新聞社 (2003).

- 谷口裕久, 曙紘之, 鈴木秀人, DLC/高濃度浸炭複合表面改質 SCM415 における高疲労信頼性・高トライボロジ特性の発現, 表面技術, Vol.58, No.5, (2007), pp.311-316.
- Xua, M., Cai, X., Liu, Y., Pu, S. and Chu, P. K., Tribological properties of graded diamond-Like carbon films on Ti ion-implanted aluminum substrate, *Diamond Relat. Mater.*, Vol.17, (2008), pp.1844-1849.
- 米谷茂, 磯田繁雄, 高周波焼入れした中炭素鋼材の疲れ強さにおよぼす残留応力の影響, 鉄と鋼, Vol.75, No.8, (1989), pp.1362-2369.
- Zalnezhad, E., Ahmed, A. and Sarhan, D., A fuzzy logic predictive model for better surface roughness of Ti-TiN coating on Al7075-T6 alloy for longer fretting fatigue life, *Measurement*, Vol.49, (2014), pp.256-265.

References

- Baragetti, S., Lusvardi, L., Bolelli, G. and Tordini, F., Fatigue behavior of 2011-T6 aluminum alloy coated with PVD WC/C, PA-CVD DLC and PE-CVD SiO_x coatings, *Surface & Coatings Technology*, Vol.203 (2009), pp.3078-3087.
- Deng, J. and Braun, M., Residual stress and micro hardness of DLC multilayer coatings, *Diamond and Related Materials*, Vol.5 (1996), pp.478-482.
- Holmberg, K., Ronkainen, H., Laukkanen, A., Wallin, K., Hogmark, S., Jacobson, S., Wiklund, U., Souza, R. M. and Stahle, P., Residual stresses in TiN, DLC and MoS₂ coated surfaces with regard to their tribological fracture behavior, *Wear*, Vol.267 (2009), pp.2142-2156.
- Horiuchi, T., Yoshihara, S. and Iriyama, Y., Dry deep drawability of A5052 aluminum alloy sheet with DLC-coating, *Wear*, Vol.286-287 (2012), pp.79-83.
- Hanabusa, T., Kusaka, K., Tominaga, K., and Fujiwara, H., Dependence of substrate and its temperature on residual stress in AlN films deposited by sputtering, *The Society of Materials Science, Japan*, Vol.42, No.477 (2001), p.627-633. (in Japanese).
- Jia, H., Liu, F., An, Z., Li, W., Wang, G., Chu, J., P., Jang, S.C., Gao, Y. and Liaw, P. K., Thin-film metallic glasses for substrate fatigue-property improvements, *Thin Solid Films*, Vol.561 (2014), pp.2-27.
- Lee, C.M., Chua, J.P., Chang, W.Z., Lee, J.W., Jang, J.S.C. and Liaw, P.K., Fatigue property improvements of Ti-6Al-4V by thin film coatings of metallic glass and TiN: a comparison study, *Thin Solid Films*, Vol.561 (2014), pp.33-37.
- Lifang, X., Zhaohui, Y. and Jiakuan, L., Effects of intermediate layers on the tribological behavior of DLC coated 2024 aluminum alloy, *Wear*, Vol.257, No.5-6 (2004), pp.599-605.
- Miki, Y., and Fukuguchi, M., The mechanical properties of Si content carbon film and residual stress behavior in surface of substrate, *Report of Nara Prefectural Institute of Industrial Technology*, No.13 (2001), pp.1-6. (in Japanese).
- Morita, T., Hirano, Y., Asakura, K., Kumakiri, T., Ikenaga, M., and Kagaya, C., Effects of plasma carburizing and DLC coating on friction-wear characteristics, mechanical properties and fatigue strength of stainless steel, *Materials Science & Engineering A*, Vol.558 (2012), pp.349-355.
- Morita, T., Tomita, Tomita, K., Kagaya, C., Kumakiri, T., and Ikenaga, M. Fatigue properties of DLC coated stainless steel, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers*, Vol.72, No722 (2006), pp.1550-1555 (in Japanese).
- Nair, R., Jiang, W. and Molian, P., Synthesis of Diamond-Like Carbon coatings on aluminum 6061 T-91 substrates by laser sintering of ultra-nanocrystalline diamond powders, *Surface and Coating Technology*, Vol.202, No.13 (2008), pp.2935-2944.
- Nakamori, H., Tokimatsu, H., Kaga, K. and Hiratsuka, M., Influence of interlayer on wear characteristics of DLC films deposited on various aluminum alloys, *Journal of Japan Institute of Light Metals*, Vol.56, No.2 (2006), pp.77-81.
- Nakamura, M., Kubota, M., Suzuki, H. and Haraguchi, T., Wear and friction characteristics of AlN/diamond-like-carbon hybrid coatings on aluminum alloy, *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol. 24(10) (2015), pp.3789-3797.
- Quinn, G. D. and Bradt, R.C., On the Vickers indentation fracture toughness test, *Journal of American Ceramic Society*, Vol.90, No.3 (2007), pp.673-680.

- Shiozawa, K., Kobayashi, H., Terada, M and Matsui, A., The effect of anodized coating on fatigue strength of aluminum alloys, the Japan Society of Mechanical Engineers, Vol.67, No.662 (2001). pp.1639-1646.
- Slamecka, K., Celko, L., Skalka, P., Pokluda, J., Nemeč, K., Julis, M., Klakurkova, L. and Svejcar, J., Bending fatigue failure of atmospheric-plasma-sprayed CoNiCrAlY+YSZ thermal barrier coatings, International Journal of Fatigue Vol.70, (2015), pp.186-195.
- Soyama, T., The effect of residual stress on fatigue strength of induction hardened, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Vol. 41, No. 343 (1975), pp.721-727 (in Japanese).
- Suzuki, H. and Ikenaga, M., Jirei de manabu DLC seimaku gijyutu, Nikkan Kogyo Shimbun Ltd. (2003) (in Japanese).
- Taniguchi H., Akebono H. and Suzuki,H., The creation of high fatigue and tribological properties of SCM415 steel treated hybrid modification combined DLC coating and high carbon carburizing, Journal of the Surface Finishing Society of Japan, Vol.58, No5 (2007), pp.311-316. (in Japanese)
- Xua, M., Cai, X., Liu, Y., Pu, S. and Chu, P.K., Tribological properties of graded diamond-like carbon films on Ti ion-implanted aluminum substrate, Diamond and Related Materials, Vol.17 (2008), pp.1844–1849.
- Yonetani, S and Isoda, S. Effect of residual stress on fatigue strength of induction hardened specimens of a medium carbon steel, Tetsu-to-Hagané, Vol.75, No.8 (1989) , pp.1362-2369.
- Zalnezhad, E., Ahmed, A. and Sarhan, D., A fuzzy logic predictive model for better surface roughness of Ti-TiN coating on Al7075-T6 alloy for longer fretting fatigue life, Measurement Vol.49 (2014), pp.256-265.