

## 微細孔形式による硬質化合物皮膜の潤滑性向上

キーワード：PDV法、硬質化合物皮膜、耐摩耗、潤滑、微細孔

### 概要

今日、物理蒸着(PVD)法によるTiN、TiAlN、CrNなどの硬質化合物被覆は、工具や金型などの耐摩耗性向上のために必要不可欠な処理となっているが、その用途は日々拡大しており、最近では、機械部品などにも適用されつつある。しかし、一般に硬質化合物皮膜は、耐摩耗性には優れたものの潤滑性に乏しいため、高潤滑を課題とするしゅう動部材などに適用する場合には問題となる。一方、潤滑性を重要視する場合、二硫化モリブデン膜、グラファイト膜などの固体潤滑皮膜が用いられるが、これらは逆に摩滅が著しく、耐摩耗性は全く期待できない。

当研究所では耐摩耗性と高潤滑性の両方の特性を兼ね備えた高機能性皮膜の創製を目的とし、耐摩耗性に優れた硬質化合物皮膜に固体潤滑剤などを充填させるための微細孔を形成する技術を開発した。

### 微細孔形式プロセス

硬質化合物皮膜に微細孔を形成する方法としては、例えば、電子デバイス分野などで用いられているフォトリソグラフィの適用が挙げられる。しかし、一般に機械部品などのしゅう動部は円筒面など平面形状でない場合が多く、フォトリソグラフィの適用はきわめて困難と考えられる。そこで、適用部品の形状に制約を受けない技術とするため、微粒子を基材に付着させ、硬質化合物皮膜形成時にマスクとする方法を採用した今回開発した微細

孔を有する硬質化合物皮膜形成プロセスの概略を図1に示す。まず、微粒子を分散させた湿式めっき浴にて、めっき処理を施すとともに基材表面に微粒子を付着させる(工程)。そして、PVD法などにより硬質化合物被覆を行い(工程)、被覆処理後、微粒子を取り除く(工程)ことにより、微細孔が形成される。

[特許出願中：特願2001-215850]

### 微細孔を有するクロム窒化物皮膜の作製

一例として、HCD方式反応性イオンプレーティング法による微細孔を有するクロム窒化物皮膜の形成条件を表1および表2に示す。使用めっき浴は、ウッドニッケル浴を基本と

表1 微粒子付着めっき条件

浴組成	NiCl <sub>2</sub> ・6H <sub>2</sub> O	240g/L
	35%HCl	125ml/L
	高分子微粒子	1g/L
	(CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>17</sub> N(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> )Cl	0.1g/L
条件	処理温度	室温
	電流密度	8.89A/dm <sup>2</sup>
	処理時間	120s

表2 クロム窒化物皮膜の形成条件

被覆温度	573K
バイアス電流量	150C
電子ビーム電流	70 ~ 100A
基板バイアス電圧	-50V
全ガス圧力	6.13Pa
ガス混合比[N <sub>2</sub> ]/[Ar+N <sub>2</sub> ]	0.925
蒸発源との距離	237mm
基板の傾斜角	0°

図1 微細孔を有する硬質化合物皮膜の形成プロセス

し、付着させる微粒子として直径  $3\mu\text{m}$  の高分子微粒子(積水化学工業(株)製マイクロパール)、界面活性剤としてトリメチルステアリルアンモニウムクロライドを添加したものである。また、クロム窒化物皮膜の形成には、(株)昭和真空製の HCD イオンプレーティング装置 SHP-400T を使用している。

図 2 に各工程後の表面 SEM 写真を示す。工程 後、基材表面に高分子微粒子が分散・付着する(図 2(a))。工程 では、クロム窒化物被覆処理が行われ、高分子微粒子がマスクとなる。その際、微粒子の表面にも皮膜が堆積するため、微粒子は若干大きくなる(図 2(b))。そして、工程 では、綿布などで皮膜表面を拭き取ることにより微粒子が容易に除去され、微細孔が形成される(図 2(c))。

表 1 および表 2 に示した皮膜形成条件の場合、Ni めっき層の厚さは約  $0.25\mu\text{m}$  で、クロム窒化物皮膜の厚さは約  $2.5\mu\text{m}$  となる。

#### 微細孔を有するクロム窒化物皮膜の摩擦特性

ピンオンディスク型摩擦摩耗試験機を用いて、微細孔を有する皮膜(微細孔膜)と微細孔のない皮膜(通常膜)に高速度工具鋼 SKH51 のピンを垂直荷重  $4\text{kgf}$  で押し付けたときの摩擦特性を比較・評価した結果を図 3 に示す。潤滑剤としては二硫化モリブデン( $\text{MoS}_2$ )粉末(キシダ化学(株)製)を使用し、選択的に微細孔に充填させるのではなく、皮膜表面に直接塗布して試験に供した。なお、試験時間は 60 分としたが、装置保護のため、摩擦係数が 0.4 を超えると試験を中止した。通常膜では試験開始後約 5 分で摩擦係数が 0.4 を超えてしまうのに対し、微細孔膜では低い摩擦係数(最終的には約 0.2~0.25 程度の値)が試験終了まで維持されている。すなわち、低摩擦係数の持続に微細孔がきわめて有効に作用することがわかる。また、図 3 には UBM スパッタ法により形成したダイヤモンドライクカーボン(DLC)膜についても同条件・無潤滑で評価した結果についても同時に示したが、微細孔膜 +  $\text{MoS}_2$  はほぼ DLC 膜相当の摩擦特性が達成されていることがわかる。

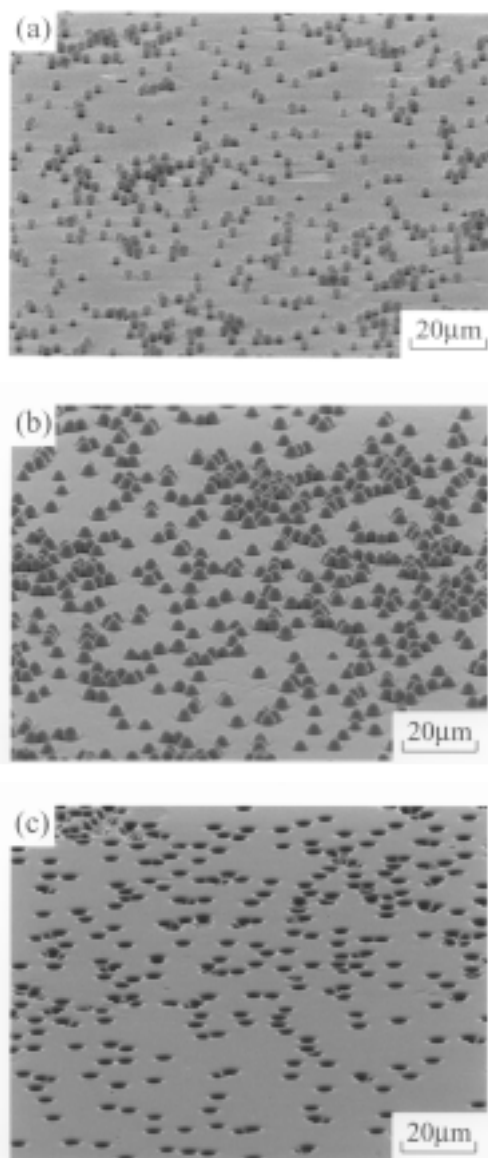


図 2 各工程後の表面 SEM 写真  
(a)工程、(b)工程、(c)工程

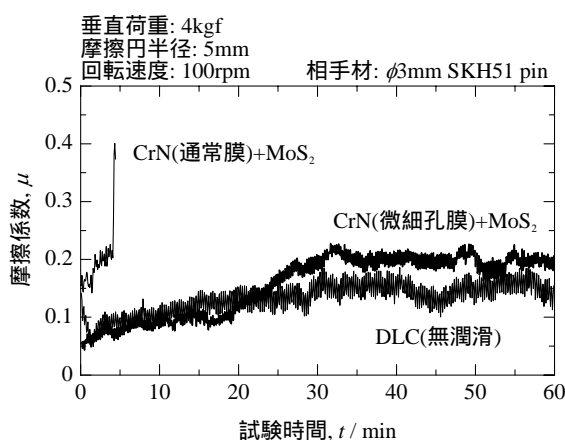


図 3 ピンオンディスク型摩擦摩耗試験機による各皮膜の摩擦係数の測定結果