

報告番号	※ 甲 第 11076号
------	--------------

主 論 文 の 要 旨

論文題目 木材切削工具用窒化クロム系皮膜の特性評価

氏 名 南 徹

論 文 内 容 の 要 旨

本研究では、PVD アークイオンプレーティング法により CrN に非金属の第三元素を添加した Cr-B-N, Cr-C-N および Cr-O-N 皮膜を作製し、それらの機械的特性、耐熱性、耐食性、微細組織などを系統的に調べることを目的とした。さらに、Cr-B-N, Cr-C-N および Cr-O-N 皮膜を施した切削工具の木材切削性能を調査するとともに、従来の CrN 皮膜との比較をすることで、木材加工用機械刃物へ適用可能な新しい皮膜を検討した。本論文は全 7 章から構成される。

第 1 章では、本研究の背景として、木材産業を取り巻く環境の変化から、木材加工用刃物への高能率加工や長寿命という要望に応えるため、従来使用されている PVD 法による CrN 系皮膜のさらなる性能向上が求められていることを述べた。次に、木材切削における刃物材料の摩耗機構には、物理的な摩耗と化学的な腐食摩耗の両方が作用していることを示した。そして、これまでの木材加工用刃物への表面処理の研究事例を示し、本研究における Cr-B-N, Cr-C-N および Cr-O-N 皮膜の諸特性や微細組織を系統的に調べる重要性と研究目的を述べた。

第 2 章では、CrN に非金属の第三元素を添加した Cr-B-N, Cr-C-N および Cr-O-N 皮膜を作製し、第三元素の添加量に対する結晶相、硬さや残留応力そして耐摩耗性などの機械的特性の変化を調べるとともに、TEM 観察による微細組織との相関を検討した。その結果、いずれの組成においても立方晶 CrN の結晶構造を保っているが、第三元素の添加量が増えると結晶粒径は微細化するとともに圧縮残留応力も増加し、結果的に皮膜の硬さが上昇することを示した。また、皮膜断面の TEM 観察により、第三元素を添加すると柱状晶が微細化すること、および Cr-O-N 皮膜には nm オーダーの周期的な縞状組織が存在することを明らかにした。さらに、摩擦摩耗試験により、Cr-B-N, Cr-C-N および Cr-O-N 皮膜いずれも CrN 皮膜より耐摩耗性が優れることを示すとともに、Cr-B-N 皮膜は硬さが最も高いことから、特に耐摩耗性が優れることを示した。その結果、B の添加では C や O と比べて少ない添加量で皮膜の高硬度化と組織の微細化ができることを明らかにした。

第 3 章では、木材切削用刃物に用いることを想定し、刃先温度が上昇する環境下での硬さや微細組織の安定性が重要であることを述べ、CrN, Cr-B-N, Cr-C-N および

Cr-O-N 皮膜の大気中における耐熱性を調査した。その結果、従来の CrN 皮膜では 773K 以上の加熱で結晶粒の粗大化、硬さの低下そして Cr₂N 相への分解が始まるが、第三元素の添加により、いずれの皮膜においても結晶粒径の増大と硬さの低下は抑制され、添加量が多いほどその効果は大きいことを明らかにした。Cr-C-N 皮膜については、1073K の加熱で Cr₃C₂ への分解が起こっていることを示した。特に O 量の一番多い Cr-O-N 皮膜については、1073K まで加熱しても硬さの低下がほとんど見られず結晶粒径の変化も小さいことがわかった。この結果から、今回の試料の中では Cr-O-N 皮膜が最も耐熱性が高いことを示した。TEM 観察の結果からも、第三元素を添加すると加熱後でも初期の微細な組織が維持されていることが確認した。さらに、オージェ電子分光法の深さ方向分析により、Cr-O-N 皮膜の周期構造は酸素と窒素濃度が相反して変化しており、その周期構造が 873K における加熱後でも維持されていることを明らかにした。周期的に存在する酸素濃度が高い層が、酸化の進行や組織の変化に対する抵抗として働き、Cr-O-N 皮膜の耐熱性が優れる要因であることを示した。

第 4 章では、第 2 章と第 3 章で観察された Cr-O-N 皮膜が持つ特徴的な周期構造をさらに詳細に調べ、その周期構造の形成過程を明らかにした。すなわち、Cr-O-N 皮膜は成膜中の基板テーブルの回転に起因する nm オーダーの周期的微細構造を有していることを明らかにし、酸素流量が多いほどその構造は顕著になることを示した。STEM 観察と EDS 分析により、周期的な縞状組織は、他の部分より酸素濃度が高く、窒素濃度が低いことがわかった。また、TEM 観察とラマン分光分析により縞状組織はアモルファスのクロム酸化物であるとことを明らかにした。次に、成膜中の基板テーブルの回転をさせずにコーティングし、チャンバー内の位置と形成される皮膜の結晶相との関係を調べ、さらにアーク放電電流の値を変更することで、成膜速度が結晶相に与える影響を調べた。その結果、縞状組織の形成メカニズムとして、基材が蒸発源の近傍にある時には、準安定なクロム酸窒化物 Cr(O, N) が形成され、反対に基材が蒸発源から遠ざかり成膜速度が十分遅い場合には、熱力学的に安定なクロム酸化物が形成されることを繰り返すことで、nm オーダーの周期的な微細組織が形成されることを明らかにした。

第 5 章では、木材切削における特徴的な腐食摩耗への影響を検討するため、塩酸および酢酸水溶液中で CrN, Cr-B-N, Cr-C-N および Cr-O-N 皮膜の耐食性を評価した結果を述べた。いずれの皮膜も超合金基材と比べれば非常に耐食性は良好であり、孔食や皮膜の部分的な剥離などは発生しないことを示した。分極曲線の測定および電気化学インピーダンス分光測定の結果から、他の皮膜と比べて Cr-O-N 皮膜の腐食電流密度と不動態化保持電流密度が最も小さく、腐食に対する抵抗が最も大きいことを明らかにした。その要因としては、第 2 章～第 4 章までに示してきた Cr-O-N 皮膜のクロム酸窒化物とクロム酸化物が周期的に繰り返される微細組織によるもので、特にクロム酸化物の層が腐食に対するバリアとして機能していると考えられた。逆に、Cr-B-N 皮膜の腐食電流密度と不動態化保持電流密度が他の皮膜より大きい結果になったのは、皮膜中のドロップレットが非常に多いため、真の表面積が大きくなることと未反応の金属クロムが存在するためであることを示した。Cr-C-N 皮膜に関しては、CrN 皮膜に対してほぼ同等の耐食性だった。

第 6 章では、第 2 章で示した皮膜の機械的特性や第 5 章で示した皮膜の耐食性の結果などを踏まえ、CrN, Cr-B-N, Cr-C-N および Cr-O-N 皮膜で実際に木材を切削し

た時の性能を比較検討した結果を述べた。さらに、皮膜の諸特性や微細組織が、切削性能とどのように相関があるのかを明らかにした。乾燥した木材を切削した場合、CrN 皮膜と比較して Cr-B-N, Cr-C-N, Cr-O-N 皮膜の摩耗量はいずれも小さいことを示した。乾燥した木材を切削する場合、皮膜の硬さや耐摩耗性の向上と耐食性の両方が寄与することを示した。一方、高含水率の木材を切削した場合、Cr-B-N, Cr-C-N 皮膜の摩耗量は CrN 皮膜とほぼ同等で第三元素を添加した効果は見られず、Cr-O-N 皮膜の摩耗量はそれらより明らかに小さいことがわかった。その結果から、高含水率の木材を切削する場合の性能には、皮膜の耐食性が支配的要因であることを示した。また、切削後における摩耗した CrN 皮膜の断面の TEM 観察により、刃先の温度上昇により結晶粒の粗大化が起きていることを示し、耐熱性の優れる Cr-O-N 皮膜ではそれが抑制されていることを示した。これらの結果から、木材の含水率によって皮膜特性の効果が出る場合と出ない場合があること、酸素含有量の多い Cr-O-N 皮膜は耐摩耗性、耐熱性そして耐食性ともに優れることから、木材切削用の皮膜として有望であることを明らかにした。

第 7 章は本研究の総括である。