

# 低アーキング条件下で製膜した多層 DLC 皮膜を有する マグネシウム合金 AZ80 の疲労挙動

岐阜大学 ○植松美彦 岐阜大学 柿内利文  
トーカロ 寺谷武馬 トーカロ 原田良夫

## Fatigue Behavior of AZ80 Wrought Magnesium Alloy with Multi-layered DLC Film Deposited under Low Arcing Condition

Yoshihiko UEMATSU, Toshifumi KAKIUCHI, Takema TERATANI and Yoshio HARADA

### 1 緒 言

マグネシウム (Mg) 合金は、軽量構造用材料として期待されているが、耐食性に問題がある。そこで著者らは、多層 DLC (Diamond-like carbon) 皮膜を用い、Mg 合金の大気中および腐食環境中での疲労強度向上に成功するとともに、単層に比べて多層 DLC 皮膜の方が強度向上に有効であることを示している<sup>(1)</sup>。しかし、DLC は製膜過程で処理品と真空容器壁面の間で発生する異常放電、すなわちアーキング現象により、皮膜にピンホール欠陥が残ることが多い。そのような皮膜欠陥は、大気中での疲労き裂発生起点となり、さらに腐食環境下では腐食液が欠陥を通して基材に到達し、腐食疲労強度向上が難しい場合があることを報告している<sup>(1)</sup>。

そこで本研究では、DLC 製膜過程における電源装置の制御により、アーキング現象が生じにくい条件下で DLC 皮膜を Mg 合金上に単層および多層で製膜して大気中および純水中で回転曲げ疲労試験を行い、疲労挙動に及ぼすアーキング低減制御と皮膜多層化の影響について検討した。

### 2 供試材および試験方法

**2.1 供試材** 供試材は、市販の Mg 合金 AZ80A 押出材である。その化学組成と機械的性質をそれぞれ Table 1, 2 に示す。試験片は平行部直径 8mm, 平行部長さ 10mm の回転曲げ疲労試験片である。試験片軸方向は供試材の押出方向と平行とした。試験片形状に機械加工後、平行部表面をエメリー紙で 2000 番まで順次研磨した後、バフ研磨により鏡面に仕上げた。

**2.2 製膜手法** DLC 皮膜は、表面を鏡面に仕上げた試験片に低温プラズマ CVD (PECVD) 法により製膜した。DLC 製膜時の温度は 150°C である。その際、電源装置の

Table 1 Chemical composition of material (wt. %).

Al	Zn	Mn	Si	Cu	Ni	Fe	Mg
8.2	0.59	0.4	0.035	0.001	<0.001	0.0035	Bal.

Table 2 Mechanical properties of material.

0.2% proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile strength $\sigma_B$ (MPa)	Elongation $\delta$ (%)	Elastic modulus $E$ (GPa)
270	355	16	39

制御により、製膜過程でアーキングが発生しないようにした。皮膜厚さは 3 $\mu$ m とし、単層 DLC 皮膜では 1 回の過程で 3 $\mu$ m 製膜した。一方多層 DLC 皮膜では、製膜を途中で中断し、超音波洗浄した後に再び製膜するという過程を繰り返した。1 回の過程で 1 $\mu$ m の皮膜を製膜し、これを 3 層製膜することで、1 $\mu$ m $\times$ 3 層で多層 3 $\mu$ mDLC 皮膜を有する試験片を製作した。また、アーキング低減制御を施さずに、単層 3.5 および多層 3 $\mu$ m の DLC 皮膜を被覆した試験片<sup>(1)</sup>との比較も行った。Fig.1 に各材の DLC 皮膜表面様相を示す。いずれの場合も皮膜表面は平滑であるが、アーキングによると思われる皮膜欠陥が認められた。しかしその寸法は、アーキング低減制御を行わない場合 (Fig.1(a), (b)), 単層と多層でそれぞれ直径 35, 20 $\mu$ m 程度であるのに対し、アーキング低減制御を行うことで、Fig.1 (c), (d)に示すように 10 $\mu$ m 以下に小さくなっていることがわかる。

**2.3 試験方法** 疲労試験には小野式回転曲げ疲労試験機を用い、繰返し速度  $f=19$ Hz, 応力比  $R=-1$  の条件で、大気中および純水滴下環境中にて試験を行った。破面観察には走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いた。

### 3 実験結果

**3.1 大気中における疲労強度** Fig.2 に、大気中における試験結果を示す。アーキング低減制御を行っていない試料については、母材のロットが異なり強度レベルに若

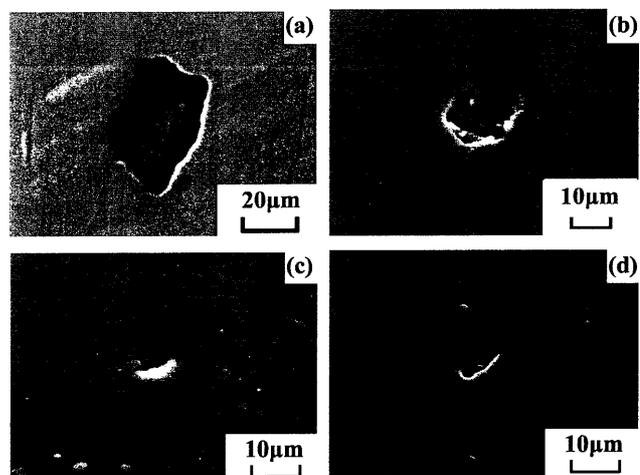


Fig.1 Appearance of DLC film: Without low arcing control (a) single layer (SL), (b) multi-layer (ML); Low arcing condition (c) SL, (d) ML.

干相違がある。そこで Fig.2 では、母材の  $10^7$  回疲労強度の値で正規化して示している。アーキング低減制御下で製膜した DLC 皮膜材の  $10^7$  回疲労強度の母材に対する上昇率は、単層  $3\mu\text{m}$  材で 30%、多層  $3\mu\text{m}$  材で 60% である。一方、低減制御を行わない場合、上昇率は単層  $3.5\mu\text{m}$  材で 11%、多層  $3\mu\text{m}$  材で 37% である。このように、単層と多層を比較すれば、多層皮膜材の方が強度向上に有効である。またアーキング低減制御によって、同一膜厚でも大気中の疲労限度はより向上することがわかる。破面観察の結果、アーキング低減の有無や皮膜厚さによらず、き裂発生起点近傍には皮膜欠陥が認められた。なお、本材は時効性を有するが、DLC 製膜時間と同じ熱履歴を与えても、母材との疲労強度は同程度であることを確認している。

**3.2 純水中における腐食疲労強度** 純水中における疲労試験結果を Fig.3 に示す。同図は Fig.2 と同様に、母材の大気中における  $10^7$  回疲労強度の値で正規化している。母材は純水中において明瞭な疲労限度を示さず、試験後には多数の腐食ピットが確認された。すなわち、母材は耐食性の低い Mg 合金であり、純水滴下による腐食ピットの形成により疲労強度が著しく低下したと考えられる。アーキング低減制御を行わない場合、単層、多層によらず、DLC 皮膜材の純水中における疲労強度は母材と同程度であり、腐食疲労強度の向上は認められなかった。DLC 皮膜材のき裂発生起点にも腐食ピットが認められたことから、アーキング現象によるピンホール欠陥を通して腐食液が母材に到達したことを示唆している。これに対して、アーキング低減制御を行った場合、単層  $3\mu\text{m}$  材の疲労強度は母材と同様、大気中と比較して低下しているが、多層  $3\mu\text{m}$  材では大気中と同程度の疲労強度が達成されており、腐食疲労強度が向上している。すなわち、アーキング低減制御と皮膜の多層化を行えば、比較的薄い多層 DLC 皮膜でも、ピンホール欠陥の母材への貫通を防ぐことができ、短い製膜時間で有効な耐食性皮膜を製膜できることを示している。

#### 4 考 察

**3.1 大気中における疲労強度** DLC 皮膜の被覆によって大気中の疲労強度は向上し、同一膜厚ではアーキング低減制御を行った方が、疲労強度向上の効果が大きい。この理由として DLC 皮膜における欠陥寸法の減少が考えられる。DLC 皮膜材の場合、疲労試験におけるき裂発生起点には製膜欠陥が認められ、その寸法はアーキング低減制御の無い場合、単層材で  $35\mu\text{m}$ 、多層材で  $20\mu\text{m}$  程度であった。これに対してアーキング低減制御を行った場合、Fig.1 に示したように多層皮膜の欠陥寸法は  $10\mu\text{m}$  以下である。すなわち、欠陥寸法の減少により疲労強度がより大きく向上したものと考えられ、アーキング低減制御による皮膜欠陥のコントロールが、強度向上の重要な因子であることを示唆している。

**3.2 純水中における疲労強度** アーキング低減制御を行わない場合、単層、多層によらず純水中の疲労強度は

向上しなかったが、多層  $3\mu\text{m}$  材ではアーキング低減制御を行えば腐食疲労強度は向上し、腐食ピットは観察されなかった。すなわち、アーキング低減制御によって一段階目の製膜時に生じるピンホール欠陥の寸法が小さくなり、かつ多層製膜化による後段の製膜過程で欠陥が有効に埋められるため、腐食疲労強度が向上したと考えられる。

#### 5 結 言

本研究では、アーキング低減制御を行って多層 DLC 皮膜を展伸 Mg 合金 AZ80 に製膜し、大気中と純水中で疲労試験を行い、アーキング低減制御が疲労特性へ与える影響について検討した。その結果、同一膜厚で比較した場合、アーキング低減制御を行うことで大気中、純水中いずれの疲労強度も有効に改善できることを示した。

参考文献省略

- (1) Improvement of corrosion fatigue strength of magnesium alloy by multilayer diamond-like carbon coatings, Y. Uematsu, T. Kakiuchi, T. Teratani, Y. Harada and K. Tokaji, Surface and Coatings Technology, 205 (2005) 2778-2784.

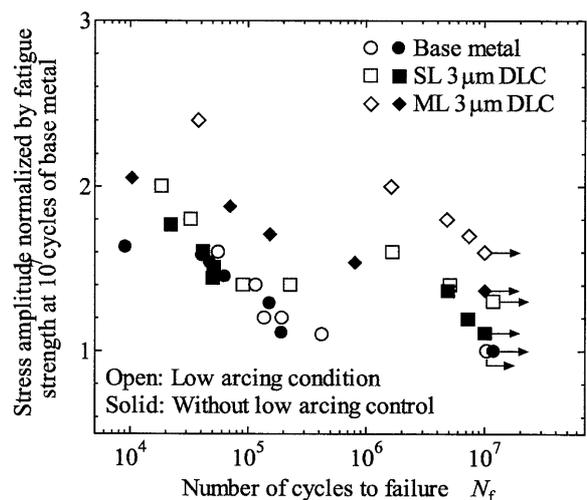


Fig.2 S-N diagram in laboratory air.

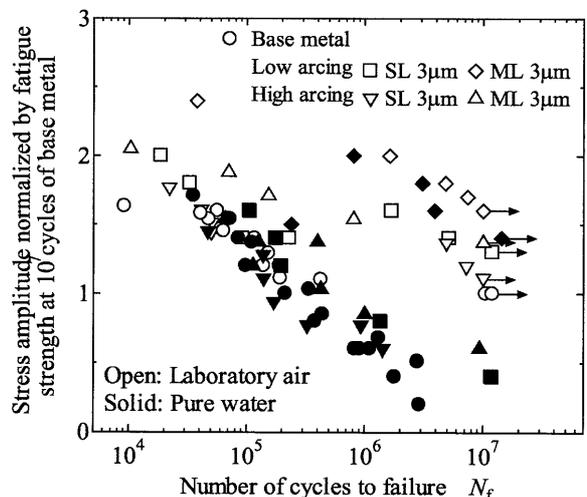


Fig.3 S-N diagram.