

## レーザー照射による複合表面改質

加藤 隆弘\* 大森 茂俊\* 田中 智之\*\*

### Multi-Surface Treatment for Lubricity Improvement and the Quenching by Laser Irradiation

Takahiro Katoh\*, Shigetoshi Ohmori\*, Tomoyuki Tanaka\*\*

#### ABSTRACT

Laser beam can be used for surface treatment to reduce friction. Formation of the solid lubricant layers and the quenching of the dies steel surface were carried out in one process by laser irradiation. The lubricant layers were formed from the powder of molybdenum disulfide (MoS<sub>2</sub>). Laser beam irradiated with various conditions of the laser power and the feed speed. The tribological characteristics of solid lubricant layers were evaluated by friction tests. As the result, the solid lubricant layers having a long wear life and the hard surface by the quenching could be formed in conditions of 600W, 9000mm/min. The lubricant layers wear life was improved by the formation of FeS layers.

**KEY WORDS:** laser beam, molybdenum disulfide, quenching, surface treatment, lubrication

#### 1. はじめに

塑性加工において、複雑形状部品の、高精度化、高表面品質および高強度化に対する要求がますます高くなっている。また、チタン合金や複合材料などの難加工材の加工にも適用が進んでいる。複雑形状部品や難加工材の塑性加工では、素材がきわめて大きな材料流動を生じ、工具面圧が高く、素材表面積拡大が顕著になり、摩擦面温度も上昇するため、摩擦抵抗の低減あるいは摩擦管制表面仕上げ向上、焼付き防止および工具摩耗低減などのトライボロジーに関する課題の解決が重要な鍵となっている<sup>1)</sup>。

これらの課題を解決する一つの方法として、表面改質技術がある。表面改質は材料表面を別の特性を持った材料で被膜する方法と材料自体の表面を改質する方法とに分けられ、方法も PVD 法や CVD 法など様々ある<sup>2)</sup>。中でもレーザービームは緻密な被膜を形成できることから固体潤

滑剤を被膜させる手段として、また、熱影響が小さいという特徴から、焼入れなど材料自体の改質にも利用されている<sup>3)</sup>。そして、せん断応力や材料硬さと摩擦係数の関係から、固体潤滑剤の被膜化と焼入れによる硬度向上を同時に行えば、相乗的に潤滑性や耐摩耗性が向上することが考えられる。

著者らは、レーザークラディングにより、ステンレス鋼基板表面に、固体潤滑剤であるグラファイト、窒化ホウ素、二硫化モリブデン、及び二硫化モリブデン粉末による固体潤滑膜を作成し、潤滑性・耐久性に優れた被膜形成が可能であることを示している<sup>4,5)</sup>。

本研究では塑性加工の冷間金型用の合金工具鋼 (SKD11) に、レーザー照射により二硫化モリブデンの被膜化と焼入れによる硬度の向上を複合的に行い、レーザー照射条件による被膜の潤滑性、被膜寿命、及び硬度の関係について検討した。

\*機械工学科, \*\*三菱自動車工業 (株)

## 2. 実験方法および温度解析

固体潤滑剤である二硫化モリブデン粉末 ( $\text{MoS}_2$ 、平均粒径  $5.3\mu\text{m}$ ) をろう付け用定着剤を重量比 1:2 で混合し、厚さ  $0.1\text{mm}$  で基板表面 (SKD11) に塗布し、図 1 のようにレーザー照射を行った。表 1 にレーザー照射条件を示す。レーザー照射後の基板はアセトンを用いた超音波洗浄を行い、基板に付着せず、被膜化していない余分な潤滑剤を除去した。

レーザー照射による潤滑膜の潤滑性を調べるため、低速往復動摩擦試験を行った。図 2 に動摩擦試験の概要を示す相手材圧子には直径  $6\text{mm}$  の軸受鋼球 SUJ2 を用い、摩擦条件は荷重  $13.2\text{N}$ 、摺動速度  $0.6\text{mm}/\text{min}$ 、往復幅  $5\text{mm}$  とした。

レーザー照射による基板への焼入れ性を調べるため、マイクロビッカース硬さ試験により基板表面付近の硬度を測定した。測定荷重  $1\text{kgf}$ 、荷重時間  $15\text{sec}$  とし、図 3 に示したように基板側面の中心部を、表面から  $0.1\text{mm}$  の位置において、片側 3 か所の両側で 6 か所測定した。

レーザー照射時の基板の温度は、図 4 に示すようなガウス分布形熱源をもつレーザービームが基板表面を移動するモデルを仮定し、差分法を用いて計算した<sup>6)</sup>。なお、レーザーエネルギー強度分布  $p(x,y)$  は  $x$ - $y$  座標平面において式(1)のようになる。

$$p(x,y) = \frac{2P}{\pi r_0^2} \exp\left(-2\frac{(x-x_0)^2 + (y-y_0)^2}{r_0^2}\right) \quad (1)$$

$P$ : レーザ出力, W

$r_0$ : レーザビーム半径, mm

$x_0, y_0$ : レーザビーム中心座標

基板表面の観察、分析は走査型電子顕微鏡 (SEM)、X 線回折 (XRD) によって行った。

## 3. 実験結果及び考察

### 3・1 摩擦試験

基板移動速度  $9000\text{mm}/\text{min}$ 、レーザー出力  $300\sim 650\text{W}$  で形成された潤滑膜の、摩擦回数に伴う、摩擦係数の変化を図 5 に示す。

高出力の  $650\text{W}$  以外の出力で形成された被膜は、摩擦初期より摩擦係数が  $0.1$  を下回り、低摩擦の潤滑膜が形成されている。その後、摩擦回数にともない摩擦係数は上昇し、基板の摩擦係数  $0.6$  となり、潤滑膜が摩耗していることがわかる。レーザー出力の  $500\text{W}$  では、低摩擦状態が  $20000$  回以上継続し、潤滑性、耐摩耗性に優れた潤滑膜が形成されている。また、 $600\text{W}$  では、他の被膜と比べ、

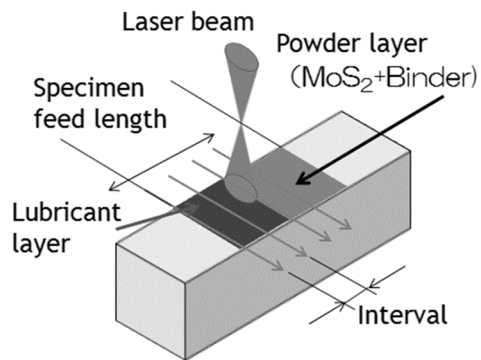


図 1 レーザ照射

表 1 レーザ照射条件

Substrate	SKD11
Laser power	150~700W
Laser beam feed rate	3000~2000mm/min
Beam diameter	4.8mm
Irradiation interval	0.1mm
Specimen feed length	10mm
Assist gas	Argon(0.08MPa)

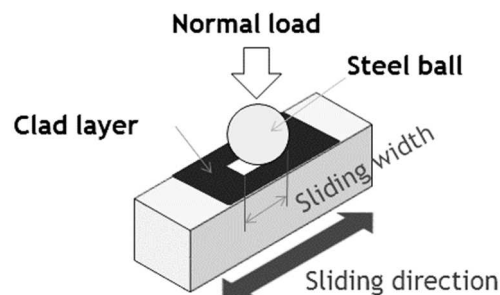


図 2 往復動摩擦試験

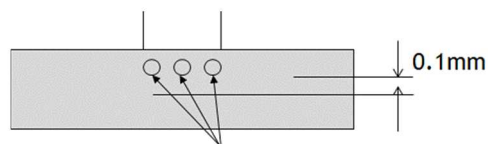


図 3 硬さ試験

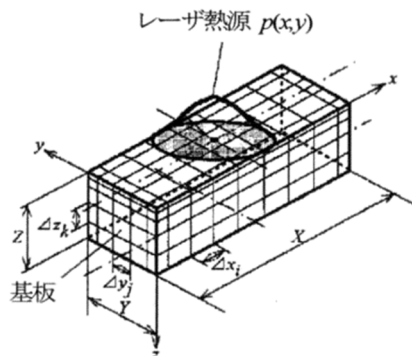


図 4 温度計算モデル

若干の摩擦係数の低下がみられる。しかし、高出力の条件である 650W では摩擦初期より、摩擦係数は高く、潤滑性のある被膜は形成されていない。

### 3・2 硬さ試験

基板移動速度 9000mm/min でレーザー照射した基板のビッカース硬度試験の結果を図6に示す。

レーザー出力が高くなるに従って、硬度が高くなっていることが分かる。SKD11 では焼入れ後の硬度として約 HV640 程度が一般的であることから、600W 以上の出力でレーザー照射による焼入れは可能であるといえる。

### 3・3 表面

基板移動速度 9000mm/min、レーザー出力 500W、600W、650W で形成された潤滑膜表面の、SEM 観察、EDS 面分析を図7に示す。SEM 像より、レーザー照射により被膜が形成され、また、面分析より Mo も検出されていることより、MoS<sub>2</sub> の潤滑剤被膜が形成されていることから分かる。出力が高くなると表面が粗くなり、O の検出も多くなる。650W では約 30μm の塊の付着物が見られる。MoS<sub>2</sub> 粉末の平均粒径が 5.2μm であることから 650W の潤滑膜は表面が粗くなっている。650W では温度計算よりレーザー照射時の基板温度 1335℃となり、MoS<sub>2</sub> の融点を超えていることや Fe や O の分布が増えていることから、Mo、Fe、O の化合物が生成されていると考えられる。

摩擦試験、硬さ試験より、良好な潤滑膜は MoS<sub>2</sub> が形成されているだけでなく、母材が焼入れにより硬度が高くなることで、圧子との接触面積が小さくなり、摩擦係数の低減

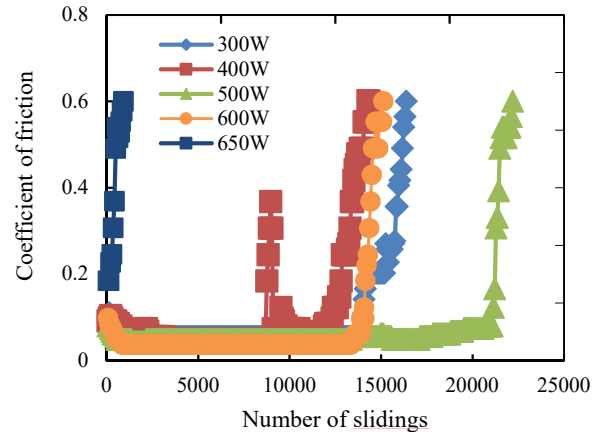


図5 摩擦に伴う摩擦係数の変化が図られ、潤滑性が向上したと考えられる。

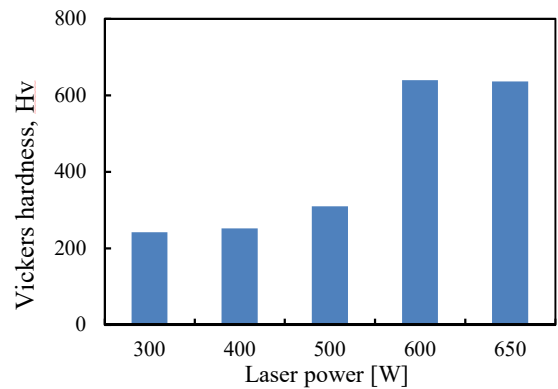


図6 ビッカース硬さ

	SEM	Mo	Fe	O
500W				
600W				
650W				

図7 SEM 像と EDS による面分析

### 3・4 XRDによる化合物分析

レーザ照射により生成される化合物と潤滑膜の寿命との関係を調べるため、送り速度 9000mm/min で形成された潤滑膜を XRD により化合物分析した結果を図8に示す。

全ての潤滑膜で基板の成分である Cr と Fe、基板表面に存在する CrO、潤滑剤成分である MoS<sub>2</sub> のピークがある。よって、図7の EDS 面分析により明らかになったレーザ照射に生じた酸化物は Mo ではなく基板との反応物であり、MoS<sub>2</sub> は酸化せず被膜していることが分かる。300W の基板と 500W の基板とを比較した結果、45°付近のピークの分布が異なることが分かる。長寿命を示した 500W の基板では 43°付近からなだらかなピークが見られる。このピークは FeS のピークである。FeS は耐摩耗性を持った物質<sup>9)</sup>であり、MoS<sub>2</sub> は大気中では 350°C を超えると分解が始まる<sup>9)</sup>。そして、レーザ照射時の基板温度は計算結果より 350°C を超えることから、レーザ出力の増加により被膜寿命が向上したのは、基板温度が上昇し、MoS<sub>2</sub> 膜と基板との間に耐摩耗性に優れた FeS 膜が生成されたためだと考えられる。また、低寿命を示した 650W の潤滑膜では 14°付近にピークが表れている。このピークは FeMo であり、FeMo のビッカース硬さは HV600 以上である<sup>9)</sup>。図7の 650W の SEM 像に示されるように潤滑膜表面は粗くなっている。硬質で粗い物質が摩擦面に存在する場合、アブレシブ摩耗が生じる<sup>10)</sup>。よって高出力で被膜寿命が低下したのは MoS<sub>2</sub> に比べ硬質な FeMo が基板表面に生成され、摩擦中に脱落した FeMo の摩耗粉が砥粒のように潤滑膜を削るアブレシブ摩耗が発生したためだと考えられる。

### 3・5 基板温度と表面硬度

図9にレーザ照射時の基板表面温度と基板の硬度を示す。基板温度が 1100°C 以上になれば、SKD11 の焼入れ硬度である 640Hv 以上になり、焼入れされていることが分かる。レーザ照射では SKD11 の通常の炉での焼入れ温度である 1000°C~1050°C よりも基板を高温に加熱する必要があることがわかる。また、基板移動速度が速くなるほど、より高温に加熱する必要がある。基板移動速度が速いほど基板の深さ方向への温度差は大きく、深さ方向の硬度の差も大きくなる。そのため、基板表面の硬度を増加させるためには、基板温度を高くすることで、硬化層領域を増加させる必要があると考えられる。

### 3・6 基板温度と潤滑特性

基板表面温度と潤滑性を図10に示す。摩擦係数は摩擦試験中に測定された最も低い摩擦係数を示す。すべての基板移動速度で摩擦係数が 0.1 を下回り、低摩擦の潤滑膜が形成されていることが分かる。移動速度が 3000~9000mm/min では摩擦係数が最も小さい温度域は焼入れ

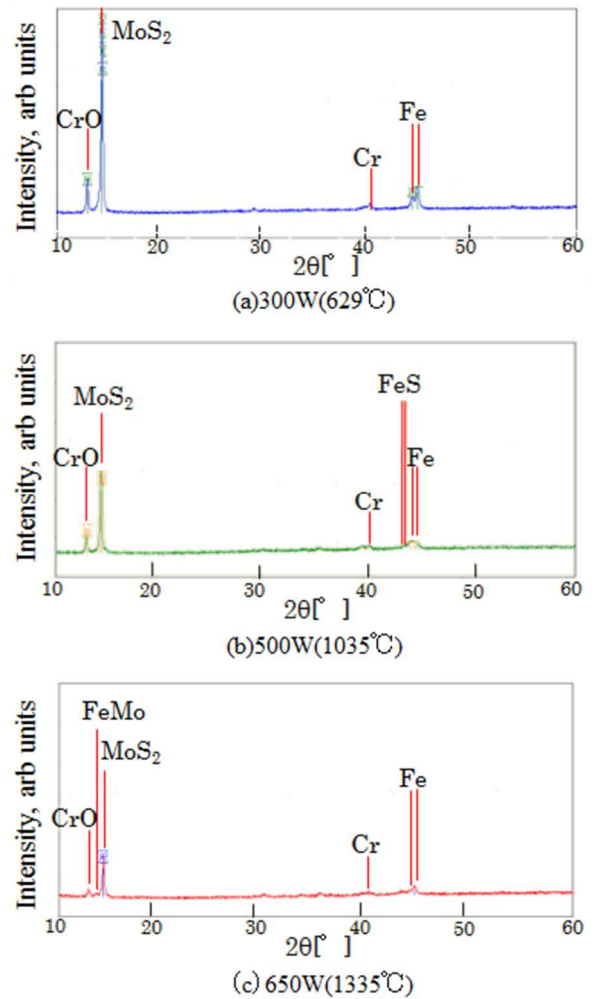


図8 XRDによる化合物分析

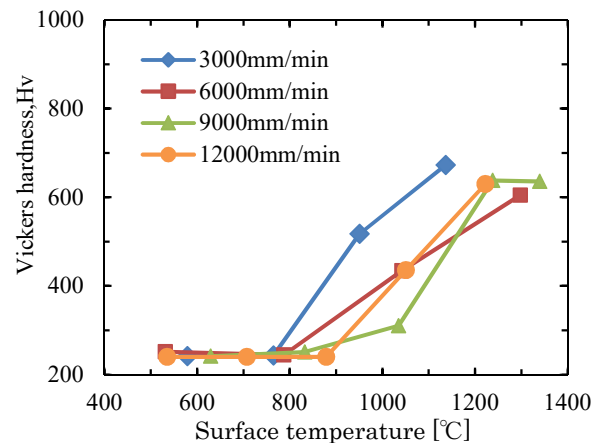


図9 基板温度とビッカース硬さ

により硬度が向上している温度域と同じである。潤滑膜の形成だけでなく、母材の硬度の向上による圧子との接触面積の低下が低摩擦を示したと考えられる。また、MoS<sub>2</sub> の融点である 1185°C 付近から摩擦係数が増加しているこ



とより、MoS<sub>2</sub> の溶融により被膜中の潤滑剤成分が変化したと考えられる。

### 3・7 基板温度と被膜寿命

図 11 に基板表面温度と被膜寿命の関係を示す。被膜寿命は、摩擦係数が基板の摩擦係数 0.6 を越えたときの総摩擦回数とした。基板移動速度が増加すると、長寿命被膜が形成される基板温度が高くなっている。図 10 より基板温度が 1250℃以下で低摩擦の潤滑膜が得られているが、長寿命被膜の形成温度とは違いが見られる。つまり潤滑性以外の要因も被膜寿命に影響を与えていると考えられる。また、基板移動速度が速くなると被膜寿命が向上するが 12000mm/min ではほとんどの条件で長寿命の潤滑膜が得られなかった。被膜形成、硬度向上においては、基板移動速度が速いほど高出力でのレーザー照射が必要となるので、過度な高出力は潤滑膜の形成に適さないといえる。

以上のことより、レーザー照射による焼入れは基板温度が 1100℃以上、長寿命の潤滑膜形成は 1250℃以下で行われることが分かった。この温度範囲で長寿命の被膜、基板表面の高硬度を得られる条件は 600W、9000mm/min である。

## 6. おわりに

潤滑性の向上と焼入れによる表面硬化の複合表面改質をレーザー照射により行った結果、以下の結論を得た。

1. レーザー照射による固体潤滑膜の形成と焼入れの複合表面改質は可能である。
2. 最適条件は基板表面温度が 1100℃～1250℃となる条件（レーザー照射条件では出力 600W、送り速度 9000mm/min）
3. 低摩擦、耐摩耗性のある表面改質には、MoS<sub>2</sub> 被膜の形成と硬度の向上が必要。
4. 潤滑性のある FeS、硬質な FeMo の生成が、潤滑性能、耐摩耗性に影響を及ぼす。

## 参考文献

- 1) 中村保：塑性加工におけるトライボロジーの課題と展望, Sanyo Technical Report, 24, 1(2017)10.
- 2) 日本トライボロジー学会編：トライボロジーハンドブック, 養賢堂, (2001)544.
- 3) 応用が拡大するレーザー焼き入れ技術：  
[http://www.coherent.co.jp/document/whitepaper/mp/Heat\\_Treatment.pdf](http://www.coherent.co.jp/document/whitepaper/mp/Heat_Treatment.pdf), 2014年9月1日取得
- 4) 加藤隆弘, 坂本亨, 格内敏：レーザークラッドグラファイト/窒化ホウ素膜の形成温度と摩擦特性, トライボロジスト,

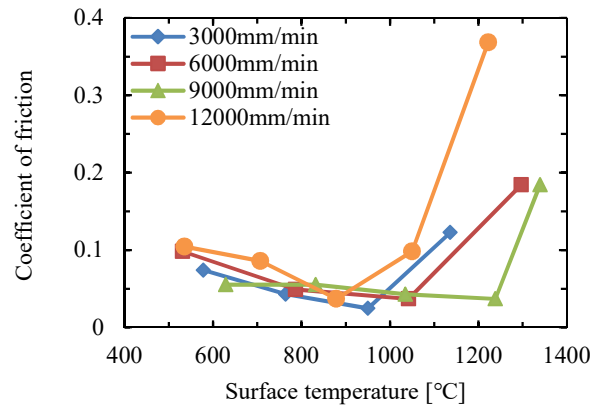


図 10 基板温度と摩擦係数

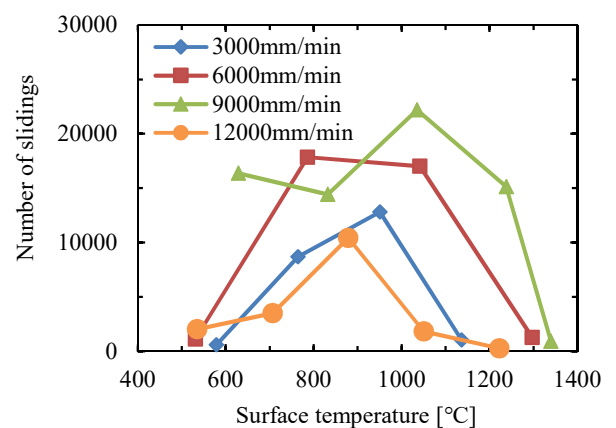


図 11 基板温度と被膜寿命

44, 5 (1999) 350.

- 5) Takahiro Katoh and Masayoshi Abo: Influence of Formation Temperature on Tribological Properties of The Laser Clad Molybdenum Disulfide / Tungsten Disulfide Composite Lubricant Layers, Int Tribology Conf, Hiroshima 2011 (2010)
- 6) 牧野内三郎, 難波義治, 大村悦二: ステップ熱入力によるレーザー硬化処理, 日本機械学会論文集(C編)49, 437(1983)98.
- 7) 山崎恒友: 鉄鋼の浸硫法について(1), 金属表面技術現場パンフレット, 11(1964)11.
- 8) 松永正久, 津谷裕子: 固体潤滑ハンドブック, 幸書房, (1978)540-541.
- 9) 金子忠孝, 高橋義孝, 岡島博司, 前島隆, 関戸玲: 耐摩耗性に優れたバルブシート用焼結合金の製造方法, 特開平 6-033184, 1994年2月8日
- 10) 日本トライボロジー学会 固体潤滑研究会編: 新

版固体潤滑ハンドブック, 養賢堂, (2010)70-71.