

論文

塑性加工用金型を対象としたDLC膜の密着性評価法

基 昭夫*¹⁾ 片岡征二*¹⁾ 森河和雄*²⁾

An evaluation method for the adhesion of DLC coated tools intended for plastic forming

Akio MOTOI, Seiji KATAOKA and Kazuo MORIKAWA

Abstract Increasingly more severe restrictions on lubricants or cleaning agents in metal forming necessitate looking for methods to reduce or eliminate their use. Utilization of dry deep drawing, and the possibility of dry deep drawing is suggested at the laboratory-level. This involves using DLC for easily oxidizable aluminum materials. However, there is a fatal problem of exfoliating from the tool surface in DLC when it comes to high-pressure. Scratch test, pushing test, and a friction test were used for ball-on-disk equipment to test for the adhesion of DLC coated tools. The relationship between surface conditions, perpendicular loads and adhesion was determined in the examination. Friction tests using ball-on-disk equipment is the most suitable as an evaluation method of tribo-characteristics with DLC coated tools.

Keywords Deep drawing, Tribology, DLC coated tools, Adhesion

1. 緒言

塑性加工では、通常潤滑剤の使用は、摩擦の低減、加工力の低減、加工限界の向上、焼付き・かじりの防止、製品表面性状の向上に直接結びつくものであり、大変重要である。しかし、近年、地球環境に対する配慮から、潤滑剤を極力使用しないセミドライ加工、あるいはまったく使用しないドライ加工が求められるようになってきた。

ドライ加工に関するこれまでの研究で、セラミックス工具を用いることによって冷間圧延鋼板や純銅板についてはある程度の無潤滑絞り加工が可能であることが示されている。しかし、セラミックス工具の場合は、酸化活性の高いチタン材やアルミニウム材でその効果が小さい^{1~3)}とされている。一方、金型に成膜したダイヤモンドカーボン膜（以下DLC膜と呼ぶ）の場合、実験室的レベルではあるがアルミニウムの絞り加工でのドライ加工の可能性が示唆されている^{4~5)}。しかし、DLC膜は摩擦係数0.1前後の小さな値であるが、高面圧となると工具表面から剥離するという致命的な問題があり、高面圧に対する密着性向上が重要な課題となっている。DLC膜の密着性評価方法として、一般に、スクラッチ試験が多用されている。また、ロックウエル硬さ試験機による静的な押し込試験によるコーティング膜の剥離や、曲げ試験も一部行われている。しかし、いずれの試験も塑性加工

における金型材料との摩擦状態をシミュレートしているとは言い難い。本研究では、塑性加工用金型に対するDLC膜の評価方法として、ボールオンディスク型摩擦試験機を用いる摩擦試験機法を適用し、本法とスクラッチ試験法および押し込試験法とを比較し、その有効性を検討する。

2. 供試材

基材には超硬G2(φ36×t7mmのディスク)を用いた。表1に示す内容で摩擦面の表面仕上げを行い、表2に示す条件で1μm厚のDLCを成膜した。

表1 供試材の仕様

試験条件	表面仕上げ方法	表面粗さ μm Rz
スクラッチ試験	ラッピング	0.05
		0.25
	研削	0.50
		1.00
		2.00
押し込み試験	ラッピング	0.05
	サンドブラスト	1.00
		2.30
		4.40
摩擦試験	ラッピング	0.05
	研削	0.50
		3.00
		1.00
	サンドブラスト	2.30
	4.40	

*¹⁾ 精密加工技術グループ *²⁾ 表面技術グループ

表2 Ar イオンボンバートおよび DLC成膜条件

	イオンボンバート	DLC
反応ガス	Ar	C ₆ H ₆
ガス圧力	3.5×10 ⁻¹ Pa	4.5×10 ⁻² Pa
基盤電圧	-500 V	-2000 V
処理時間	40 min.	220 min.
基盤温度	160 °C	

表4 スクラッチ試験条件

負荷方法	
初期荷重	0.85 N
最終荷重	100 N
荷重負荷速度	100 N/min
スクラッチ速度	10 mm/min
スクラッチ距離	10 mm
形式	ロックウエル
圧子材質	ダイヤモンド
圧子先端径	200 μm

3. 実験条件

3.1 摩擦試験法

図1に示すボールオンディスク型摩擦試験機を用いて、表3に示す条件で摩擦試験を行った。一般に、定常摩擦領域におけるDLC膜とSUJの摩擦係数は0.1~0.2の範囲にあり、基材の超硬とSUJの摩擦係数が0.45~0.65の範囲にある。このことから、摩擦係数が0.3を超えたら剥離したものとし、さらに摩擦面の光学顕微鏡観察によって剥離を確認した。

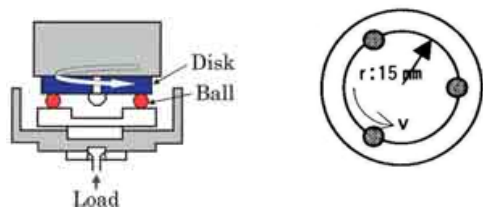


図1 試験機の摩擦部模式図

表3 摩擦試験条件

試験機	ボールオンディスクタイプ
ボール材質	SUJ2
ボール直径	1/4 inch
ボール个数	3
摩擦痕径	30 mm
摩擦速度	31 mm/sec
垂直荷重	50~1000 N
雰囲気	大気中
潤滑条件	無潤滑

3.2 スクラッチ試験法

スクラッチ試験は、図2に示すように、ダイヤモンド圧子をコーティング膜に押し付けながら走査するスクラッチ試験機を用いて行った。表4に試験条件を示す。試験後のスクラッチ痕については光学顕微鏡観察によって剥離の評価を行った。

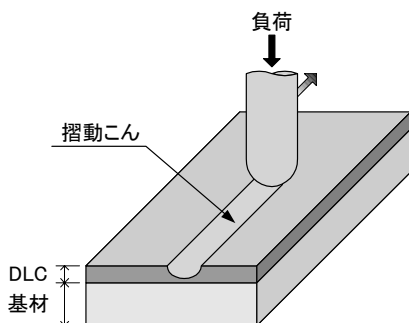


図2 スクラッチ試験の模式図

3.3 押し込み試験法

ロックウエル硬さ試験機を用いた静的な押し込み試験によるコーティング膜の密着性試験を行った。試験条件はロックウエルCスケールの試験方法に準拠し、ダイヤモンド圧子を荷重1000Nで試験片表面に押し込んだ。押し込み試験後は圧痕を光学顕微鏡観察によって密着性の評価を行った。

4. 実験結果及び考察

4.1 摩擦試験法

摩擦試験機による基材表面の仕上げ方法及び表面粗さ、垂直荷重とDLC膜の密着性についての実験結果を表5に示す。また、実験終了後のディスク摩擦面性状を図3~図5に、摩擦係数の経時変化を図6に示す。

ラッピング面は100Nの垂直荷重ですでに剥離を発生した。剥離発生の摩擦面は図3に示すように、DLC膜は急激に破壊して面として剥離している。研削面は0.5μmRzにおいては、ラッピング面より密着性が向上していることが認められるが、垂直荷重の増加とともに剥離が発生し、400Nでラッピング面同様面として剥離する。研削面3μmRzの場合においては、摩擦の初期には0.3近い摩擦係数でアプレシブ摩擦と思われる形態を示しているが、摩擦距離の増加とともに安定摩擦に移行して摩擦係数も0.15程度に安定し、1000Nの垂直荷重においても剥離による摩擦係数の増大は認められない。摩擦面は図4に示すように研削条痕の凸部が摩擦しているが面の剥離は認められない。サンドブラスト面においても表面粗さ1.0~4.4μmRzの各試料においては摩擦の初期にはアプレシブ摩擦形態を示す。摩擦距離の増加とともに1000Nの垂直荷重まで剥離による摩擦係数の増大は認められない。摩擦面粗さ2.30μmRzの実験結果を図6に示す。ディスク摩擦面性状は図5に示すように凸部での摩擦が認められ、一部にわずかながらボール摩耗粉の移着の発生が認められたが面の剥離は認められず、摩擦形態へ影響を与えるほどではなく低い摩擦係数が維持されている。

このことから、表面粗さがDLCの膜厚より粗いほど摩擦面の単位面積におけるDLC膜の接着面積の大きくなることや凹部におけるアンカー効果が密着性に大きく影響していると考えられる。

表5 摩擦試験機によるDLC膜の密着性の実験結果

表面仕上げ	表面粗さ μmRz	垂直荷重 N					
		100	200	400	600	800	1000
ラッピング	0.05	○	×				
研削	0.50	○	○	○	×		
	3.00	○	○	○	○	○	○
サンドブラスト	1.00	○	○	○	○	○	○
	2.30	○	○	○	○	○	○
	4.40	○	○	○	○	○	○

×：剥離有り ○：剥離無し

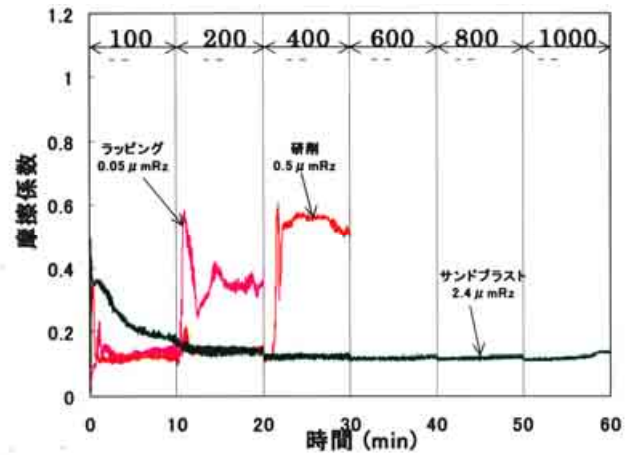


図6 摩擦係数の経時変化

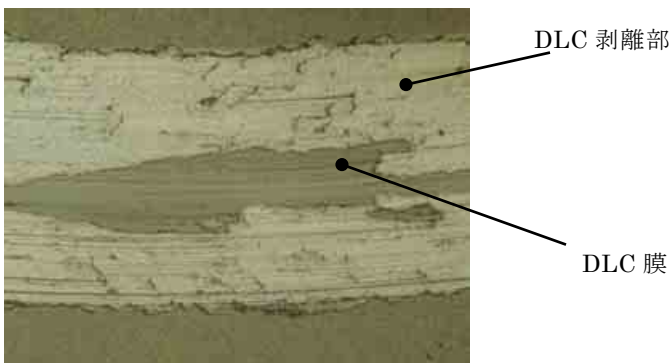


図3 ラッピング(0.05 μmRz)試料の摩擦面 100 μm

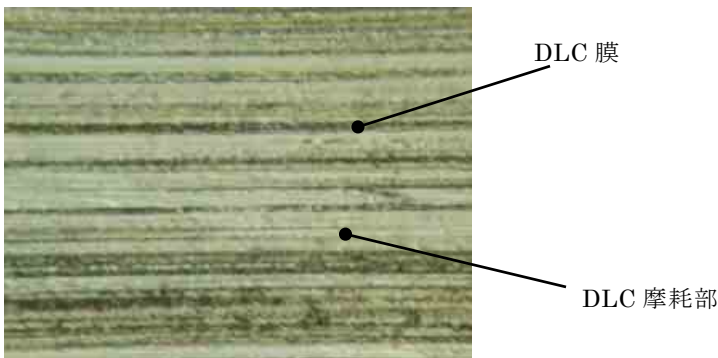


図4 研削試料摩擦面 (3.0 μmRz) 100 μm

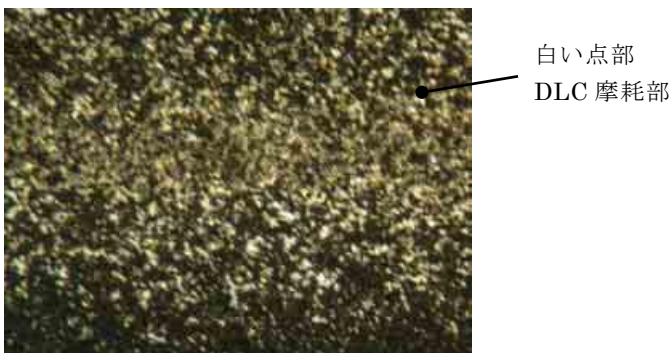


図5 サンドブラスト試料の摩擦面 (2.30 μmRz) 100 μm

4.2 スクラッチ試験法

一般に、ラップ仕上げした基材表面にコーティングしたDLC膜等の薄膜の密着性試験としてスクラッチ試験が主に用いられている。スクラッチ試験法による密着性試験結果を表6に、経時変化の代表例を図7に示す。

表6 スクラッチ試験結果

試料	表面仕上げ方法	表面粗さ μmRz	DLC 剥離開始荷重/N	
			A	B
1	ラッピング	0.05	54.58	52.52
2	ラッピング	0.25	49.43	55.20
3	研削	0.50	53.56	44.26
4	研削	1.00	39.72	42.79
5	研削	2.00	46.88	54.58

試料No3~5については研削痕に対して、Aは直角方向、Bは平行方向にスクラッチした。

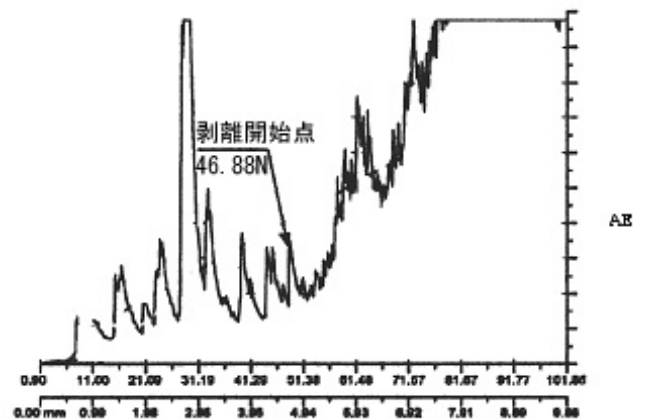


図7 スクラッチ試験の経時変化

表6から、試料の表面粗さや研削方向とDLC膜の破壊開始荷重との相関性は認められない。Fig.7に示すスクラッチ試験経時変化の縦軸目盛の一つは、クラックや剥離の

発生時に生じるAE信号音 (Acoustic Emission) の強度を表している。27N付近でAEの大きな値が見られるが、実際のDLC膜の剥離は表6に示すように46.88Nで始まっている。破壊開始荷重とAEの相関性は認められない。また、前項のボールオンディスクタイプの摩擦試験においては、基材表面粗さと密着性の相関性が確認できたが、スクラッチ試験法においては一定の表面粗さを持つ試料の密着性は十分にシミュレートし得ないと言える。

4.3 押し込み試験法

図10に押し込み試験法による実験結果を示す。鏡面に近い0.05 μ mRzと1 μ mRzの試料は圧子周りのDLC膜が剥離しているのが認められる。表面粗さが2.3 μ mRz及び4.4 μ mRzの試料ではDLC膜の剥離は認められない。試料基材の面粗さ0.05 μ mRz, 1 μ mRz, 2.3 μ mRzの結果は、ボールオンディスクタイプ摩擦試験の結果と一致しており、ある程度DLC膜密着性の評価は可能と見られる。しかし、摩擦係数等の情報は得られず、そのぶん評価の信頼性は小さい。塑性加工金型用DLC膜の密着性評価方法として不十分であると考えられる。

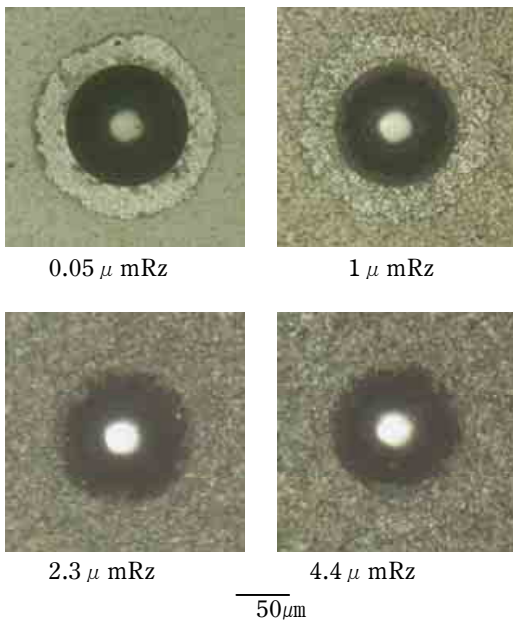


図10 押し込み試験試験結果

5. 結 言

塑性加工金型に被膜したDLC膜の密着性の最適評価方法の確立を目的として、ボールオンディスク型試験機を用いた摩擦試験およびスクラッチ試験と押し込み試験を行い以下の結論を得た。

(1) スクラッチ試験法では、DLC膜の密着性と、表面粗さや研削方向、AEとDLC膜の破壊開始荷重との間には相関性は認められなかった。したがって、塑性加工金型用DLC膜の密着性評価方法として適切ではないと判断される。

(2) 押し込み試験法は、鏡面及び鏡面に近い場合にはDLC膜が剥離した。表面粗さ1 μ mRz 以上ではDLC膜の剥離は認められなかった。基材表面性状と密着性の間に一部相関性が認められた。

(3) ボールオンディスク型摩擦試験法では、基材表面性状や垂直荷重と密着性により相関関係が認められた。塑性加工金型用DLC膜の密着性評価方法としては最も適していると結論できる。

終わりに、本研究は平成13、14年度地域コンソーシアム研究開発事業による「ダイヤモンドコーテッド工具による無潤滑塑性加工技術の開発」によるものである。関係諸氏に謝意を表します。

参考文献

- 1) 片岡征二, 加藤光吉, 佐々木武三, 基 昭夫: 材料試験技術, 45-4, 31-37 (2000).
- 2) 基 昭夫, 片岡征二, 佐々木武三, 加藤光吉: 材料試験技術, 46-4, 50-54 (2001).
- 3) 玉置賢次, 片岡征二, 基 昭夫, 伊藤達彦: 材料試験技術, 47-4, 36-41 (2002).
- 4) 小西 純, 片岡征二, 基 昭夫, 野口裕之: トライボロジー会議予講集, 21-22 (2001).
- 5) Murakawa M, Koga N, Takeuchi S: Trans. ASME, J. Manuf. Sci. Eng., 121, 674 (1999).

(原稿受付 平成15年8月4日)