

ダイヤモンド・コーティングの塑性加工工具への応用

村川正夫*

1. 緒言

周知のように、ダイヤモンドは高硬度、高剛性、優れた耐摩耗性、良好な熱伝導性などの特性をもっており、各種産業用途に利用されてきた。ただし、つい最近まではダイヤモンドは高圧で合成されてきた関係から粒または粒状のものしか手に入らなかった。そのため機械加工関係については、ダイヤモンドの粉をバインダーで焼き固めた焼結ダイヤモンドとして切削インサートや研削砥石、あるいはドレッサーなどへの応用が主たる用途であった。しかし1982年熱フィラメントCVD法を用いたダイヤモンド薄膜の合成¹⁾が我が国の無機材研で成功して以来、異種材料上にダイヤモンド薄膜の合成が可能となりダイヤモンドの工業的利用は新しい展開を見せつつある。すなわち工具分野においてはPVDやCVD法によるTiN等の硬質皮膜のコーティングによる工具性能の向上が認められ広く実用化されているが、同様の方法でダイヤモンドを工具にコーティングすることが可能となった。なかでも切削工具については最近になり、国内の数社よりダイヤモンドコーテッドインサートの市販²⁾³⁾が開始されるまでになった。

ダイヤモンドは全物質中で最も高い硬度を有するが、空气中での化学的安定性は必ずしも優れておらず、高温(700℃以上)ではグラファイトに変換したり、酸化されやすい。このため切削でも刃先温度が比較的高くなるような条件下では耐摩耗性は必ずしも優れない。著者らは、塑性加工の場合には一般的には工具の温度は切削の場合ほど高くないために、化学的安定性に劣るというダイヤモンドの弱点が決定的な問題とはならず、ダイヤモンドの優れた対摩耗性

を十分に生かした工具の実現が可能となると考えている。

ここでは始めにCVD法によるダイヤモンド膜の合成方法について簡単に説明し、次に本題である塑性加工工具への同コーティングの応用について、まずせん断加工用工具を用いての耐久性評価結果について紹介した後、引抜きグイスへの応用の試みについて述べる。

2. CVD法によるダイヤモンド膜の合成方法

これまで多くの研究者が種々の原料ガスからいろいろの装置でダイヤモンド膜を合成している。これらをまとめたのが図1⁴⁾である。原料ガスとしてはメタン(CH₄)やベンゼン(C₆H₆)などの炭化水素やメチルアルコール(CH₃OH)やアセトン(CH₃COCH₃)などの含酸素有機化合物⁵⁾を用いることができ、一酸化炭素(CO)⁶⁾でも合成が可能である。

CVD法ではダイヤモンドを合成するには原料ガスを分解して反応活性なラジカル種を生成させる必要がある。この励起源として各種のプラズマが使用されており、具体的には2000℃以上に加熱できるタングステンフィラメントを利用して得られるプラズマや、2.45GHzのマイクロ波によるプラズマなどの熱プラズマが用いられることが多い。このほか成膜速度を高めることを目的としてプラズマ密度の高い、アーク放電やプラズマジェットの使用も試みられ、後者の方法では1mm/hという高速合成⁷⁾も可能となっている。

ダイヤモンドの堆積可能な基板としては高融点物質で炭化物を作りやすいものが有利と考えられているが、成膜時の熱に耐えられるものであれば、ほとんどの物質にダイヤモンドを堆積させることが可能だといえそうである。

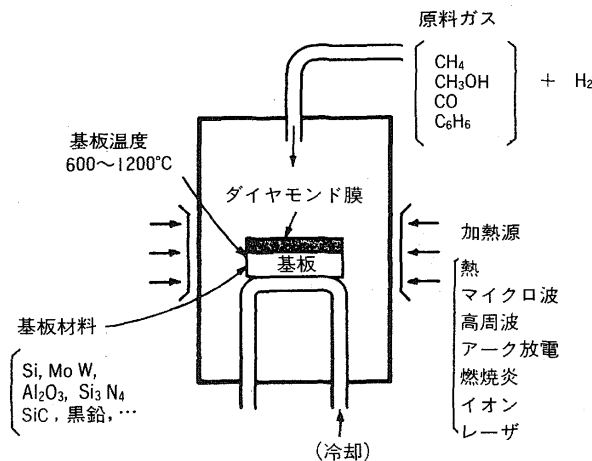


図1 ダイヤモンド膜の気相合成法⁴⁾

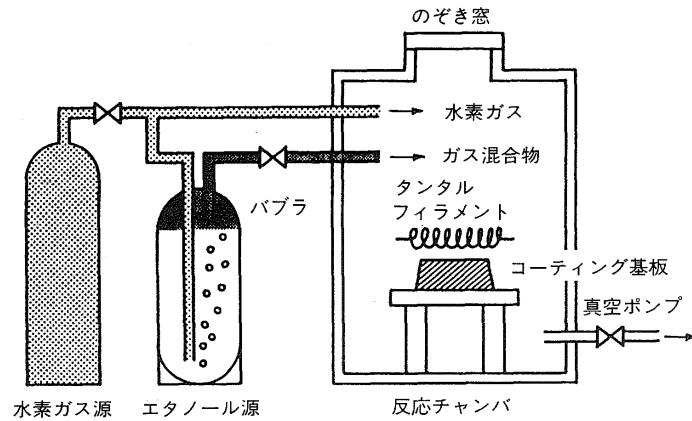


図2 エタノールを原料とする熱フィラメント CVD 装置の概略図

図2は著者らがダイヤモンドコーティングの応用実験に使用している熱フィラメント CVD 装置³⁾の概略を示す。本装置の特徴はフィラメントの材質に、タングステンよりも高温に加熱することが可能なタンタルを使用したこと、ダイヤモンドの原料にはエチルアルコール (C_2H_5OH) を用いたことである。代表的な合成条件を表1に示した。フィラメントは通電することで $2200\sim 2400^\circ C$ 程度に加熱され、同時に基板はフィラメントからの輻射熱により $800\sim 1000^\circ C$ 程度に加熱される。水素をキャリアガスとして反応容器内に導入された水素とエチルアルコール蒸気はフィラメントの熱で解離された活性種となり基板上にダイヤモンドとして $5\sim 8\mu m/h$ 程度の速度で堆積する。

表1 ダイヤモンド膜の合成条件
(熱フィラメント CVD 法)

フィラメント温度 / $^\circ C$	2200~2400
反応圧力 / torr	100
水素流量 / SCCM	250
エタノール・ H_2^{-1} / vol %	2~3
基板温度 / $^\circ C$	850~900

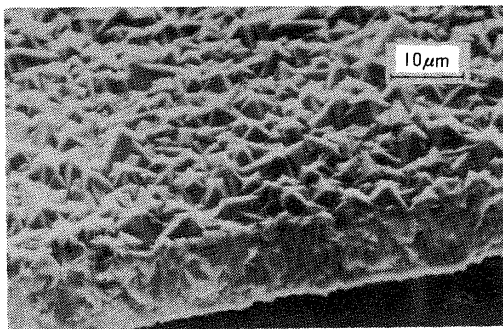


図3 多結晶ダイヤモンド膜のSEM写真

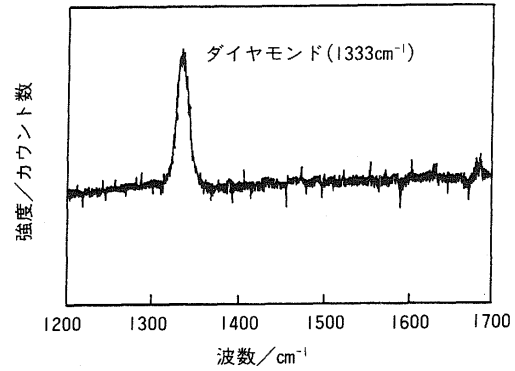


図4 図3のダイヤモンド膜のラマン分光分析結果

図3に本装置により合成した多結晶ダイヤモンド膜を示す。ダイヤモンド結晶特有の(111)面と(100)面が認められる。図4にはこの膜についてダイヤモンドの同定手段として定評のあるラマン分光分析を行った結果を示す。励起光としては Ar レーザの波長 $514.5nm$ を用いた。 $1333cm^{-1}$ にダイヤモンド特有の鋭いラマン線が観察される。 $1550cm^{-1}$ 付近の無定形炭素によるブロードなピークはほとんど認められず、合成したダイヤモンドは良質なものであることがわかる。

3. CVD ダイヤモンド膜の塑性加工工具への応用の試み

塑性加工工具は現在実用化されているダイヤモンドコーテッド切削工具と比較すると一般的には形状がより複雑で、また長大なものも多く、このような工具へのダイヤモンドコーティングは現時点では残念ながら困難である。その理由は合成されるダイヤモンド膜と基板との熱膨張係数が異なるためコーティング面積が大きくなるに従ってコーティング後に生ずるダイヤモンド膜と基板との間に作用する熱応力が増加して付着強度が低下するという事実と、ダイヤモ

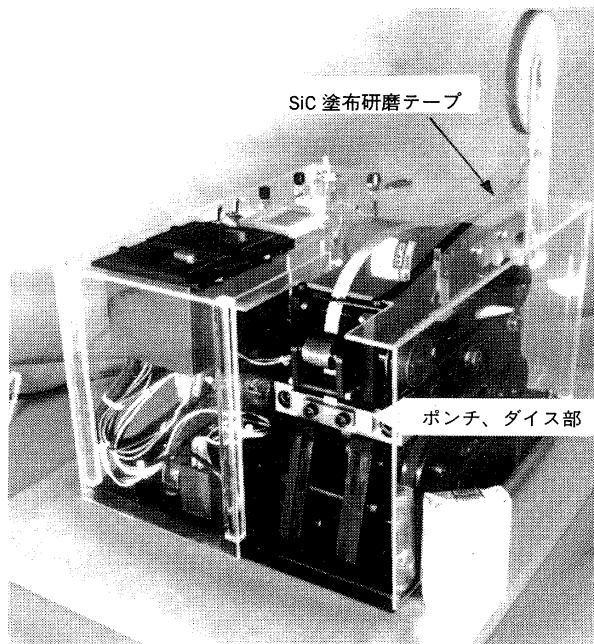


図5 高速せん断試験機の全景

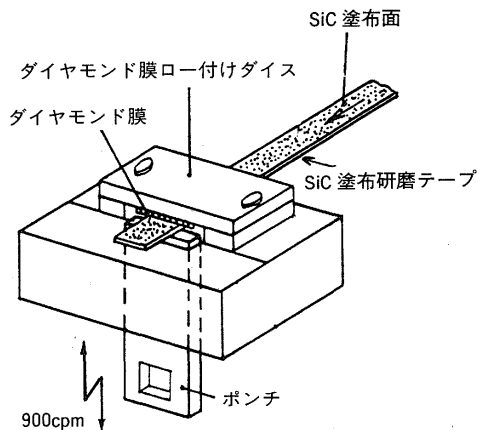


図6 高速せん断試験機におけるポンチ、ダイス部の後続構造概略図

ンドの原料ガスを励起するプラズマを広範囲に、あるいは3次元形状の基板上で均一な状態で、発生し保持することが困難であるためである。したがって塑性加工工具への本格的な応用が可能となるためには大面積へのコーティング技術が確立する必要がある。

ここではダイヤモンド膜の塑性加工工具への応用の可能性を示すため、まず現在のダイヤモンドコーティング技術で作成可能な小型せん断工具を用いての純粋なアブレッシブ摩耗環境下でのダイヤモンド膜工具の性能評価実験を紹介する。つぎに引抜きダイスへの応用の試みを紹介する。

3.1 研磨テープ材用せん断工具への応用(せん断試験)

前述のせん断試験はいわゆる切り落とし式の平行刃せん断により行った。図5に実験に使用した高速せん断試験機⁸⁾

の全景を示す。図6には同試験機に装着するポンチとダイス部の構造の概略を示す。ダイスには(a)K10相当の超硬合金(Co:6vol%)、(b)焼結ダイヤモンド(ダイヤモンド粒径:1~10 μ m、Co:15vol%)、(c)ダイヤモンドコーテッドダイス(膜厚:10 μ m、基板:超硬合金)、(d)ダイヤモンド膜ロー付けダイス(膜厚:200 μ m)の4種類のダイスを用意した。被せん断材にはSiC粒(HV:3500)を塗布した住友スリーエム製の研磨テープ(全厚:105 μ m、SiC粒径:15 μ m、塗布厚さ:30 μ m、テープ材質:ポリエステル、テープ厚さ:75 μ m、幅:6.3mm)を使用しSiC粒子塗布面がダイス側となるようテープの供給を行った。工具としての性能評価はダイス刃先部分の摩耗により被せん断材が切断不可能となるまでのせん断回数(寿命)を求めることで行った。

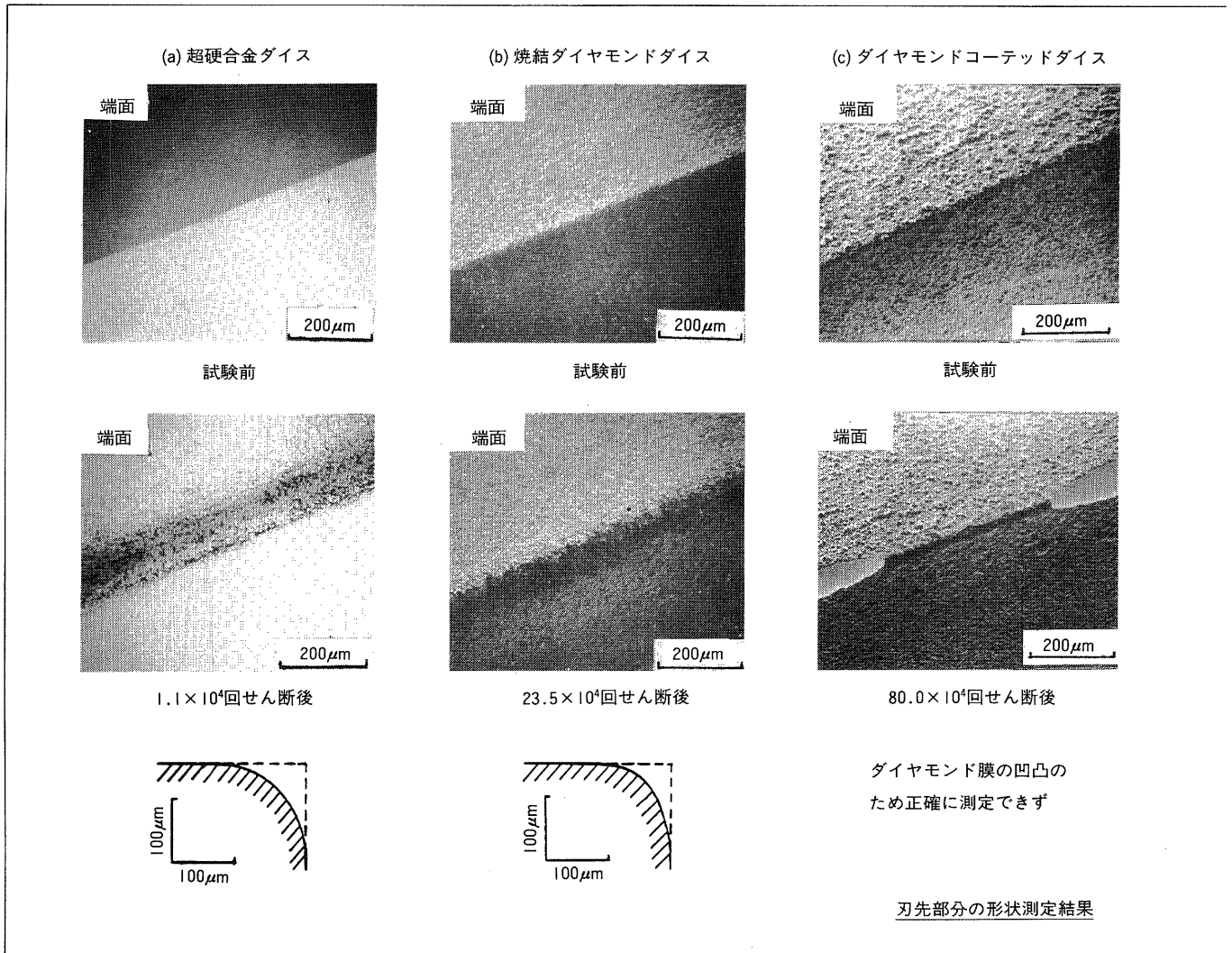


図7 SiC塗布研磨テープをせん断したときのダイス刃先部の変化

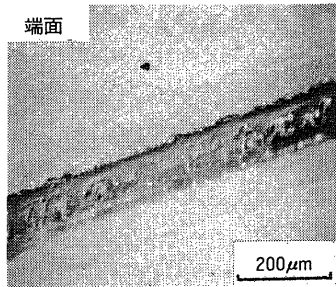
図7にそれぞれのダイスについてせん断不可能となるまで試験した際の刃先部分の様子を対比して示す。(a)の超合金ダイスはわずか 1.1×10^4 回でせん断不可能となり、(b)の焼結ダイヤモンドダイスは 23.5×10^4 回の寿命を示した。これに対して(c)のダイヤモンドコーテッドダイスは 80×10^4 回でダイヤモンド膜が部分的に剝離して寿命となった。それでも超合金ダイスの80倍、焼結ダイヤモンドダイスの3.5倍近い寿命回数を示した。(d)のダイヤモンド膜ロー付けダイスは 101.2×10^4 回と超合金ダイスの約100倍、焼結ダイヤモンドダイスの4倍近い寿命を示した。

これらの理由は(a)の超合金ダイスは軟質なコバルトバインダーで焼結されたWC粒子であるため、WC粒子自身の摩耗(WCの硬さはHV2000程度で被せん断材に塗布されたSiC粒子よりも硬さは低い)とコバルトバインダーの摩耗によるWC粒子の脱落により短い寿命となったものと考えられる。(b)の焼結ダイヤモンドダイスの場合は、

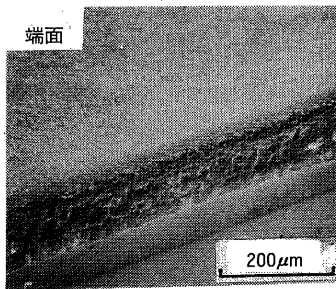
同じくコバルトバインダーで焼結しているもののダイヤモンド粒子の硬さが被せん断材に塗布されたSiC粒子のそれを上回っているため粒子自身の摩耗が少なかったためと考えられる。これに対してCVDダイヤモンド膜を応用した(c)コーティングダイスならびに(d)ダイヤモンド膜ロー付けダイスは軟質なバインダーを含まない多結晶構造であるため、焼結品に見られるようなバインダーの摩耗によるダイヤモンド粒子の脱落が起らなかったためにこのような長寿命を示したものと考えられる。(c)のコーティングダイスの寿命が(d)よりも短かった理由は、コーティングされたダイヤモンド膜の厚さが $10 \sim 15 \mu\text{m}$ 程度と薄かったことが原因と考えられる。

予想されたように、バインダーを含まないCVDダイヤモンド工具は加工時の温度が低いアブレッシブな摩耗環境下で使用するせん断加工工具に応用した場合、従来の工具にない優れた耐摩耗性を示すことが明らかとなった。

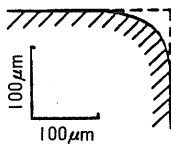
(d) ダイヤモンド膜ロー付けダイス



試験前



101.2 × 10⁴回せん断後



3.2 ダイヤモンドコーテッド引抜きダイスの試作と性能評価

優れた耐摩耗特性を有する引抜きダイス材質として天然ダイヤモンドや焼結ダイヤモンドが使用されている⁹⁾。しかし前者は得られる原石の大きさに限界があり、実際には直径で1mm以下のサイズに使用が限定される。また異方性のために偏摩耗が生ずるという問題もある。これに対して後者は異方性もなく大径のものを製作することが可能であるが、直径が大きくなると製造価格が著しく高くなるという問題がありこれに対する解決策が求められている。さて、CVD法により合成されたダイヤモンドはコストが極めて安価である他多結晶構造のため、結晶の異方性が無く、焼結ダイヤモンドのような軟質なバインダーを含まないという特徴がある。したがってCVDダイヤモンドを引抜きダイス内面にコーティングすれば、異方性が無く、焼結ダイヤモンドを上回る耐久性を有するダイスが安価に作成でき

る可能性がある。

ダイヤモンド部分の製造コストであるが、引抜き径5mm程度のダイスを想定して比較すると、CVD法によるダイヤモンドの製作コストは高温高压法による焼結ダイヤモンドのその数百分の一以下である。しかも焼結ダイヤモンド製作費のダイス製品全価格に占める割合はかなり高い。性能面で比較すれば、ダイヤモンドコーテッドダイスは薄膜のコーティング故に再研磨が出来ず、使い捨てになるという欠点はあるが、主要部分の製造コストが数百分の一以下とすることを考えるとコーティングダイスの実現により非常に大きな経済的メリットが期待できる。しかし現状では、CVDダイヤモンドを引抜きダイスに応用し製品化するためには克服すべき2つの大きな課題がある。一つはダイヤモンド膜と基板の付着力の向上で、引抜き加工に耐えられる膜付着力を得る必要がある。二つ目は研磨の問題で、CVDダイヤモンド特有の凹凸の激しい自形面を鏡面に仕上げる研磨技術の確立が必要である。

本研究では熱フィラメントCVD法を用いて超硬ダイス内面にダイヤモンドコーティングを施しダイヤモンドコーテッド引抜きダイスの試作を試みるとともに、試作した同ダイスの比較性能評価を行った。その結果、研磨面の仕上げに一部分不十分な箇所はあったものの軟鋼線の引抜きに耐える程度の付着力を示すことを確認した。

3.2.1 ダイイス基材へのダイヤモンドコーティング方法

ダイヤモンドコーティングに用いた熱フィラメント方式合成装置並びに合成条件は図2及び表1に示したものとほぼ同様である。

ダイヤモンドコーテッドダイスの基板形状であるが、予備実験を行ったところ、テーパダイス形状の場合はテーパ部とベアリング部の境界エッジ部分のダイヤモンド膜が研磨加工中に剥離しやすい傾向が認められた。そこで境界エッジ部を無くした図8に示すような平行部の無い、Rダイス形状を採用した。ダイスの基板材質は良好なダイヤモンド膜の付着力が得られるK10相当の超硬合金である。

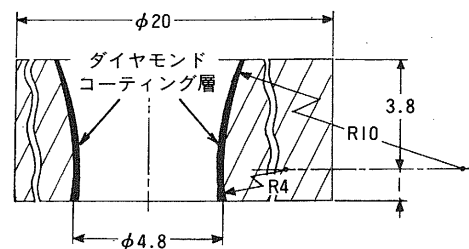


図8 ダイヤモンドコーテッドダイスの形状

図9にコーティングの終了したダイスの観察結果を示す。同図(a)が外観であるが、矢印で示した黒い部分がダイヤモンドコーティングされた領域である。(b)は内面部分のSEM観察結果である。気相法ダイヤモンド特有の凹凸の激しい自形面が観察され、結晶性の良いダイヤモンド膜で内面全体がコーティングされていることがわかる。なお

(研磨前の) コーティング膜厚はフィラメントとダイス基板間の距離が最も近かったベアリング部で約 $50\mu\text{m}$ 、距離が遠かった口付け部で約 $20\mu\text{m}$ であった。

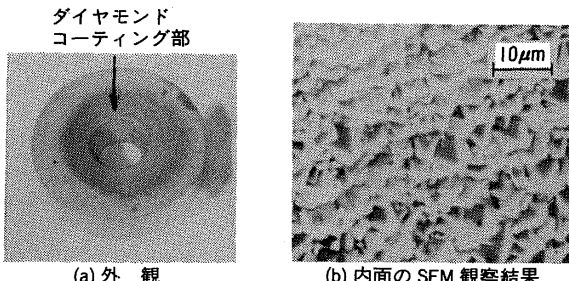


図9 ダイヤモンドコーティング後のダイス観察結果

3.2.2 研磨面の観察

前述したようにコーティング終了後のダイス内面はCVDダイヤモンド特有の凹凸面で覆われるため、引抜き加工に用いるにはコーティングされたダイヤモンド膜表面を平滑に研磨加工する必要がある。研磨は従来品である焼結ダイヤモンドダイスの仕上げ加工法を適用した。すなわち超音波振動子とダイヤモンドパウダーを用いた研磨法¹⁰⁾である。

研磨加工の終了したダイス内面の研磨仕上げの程度および状況は均一ではなく、場所により異なっていた。この研磨程度の変化は連続的であるが、あえて異なる領域に区分して示すと図10(a)のようになる。なおそれぞれの領域における代表的な研磨面の様子を同図(b)~(d)に示す。引抜き材の仕上げ面を決定するベアリング部分の約半分に相当する(イ)の部分は(b)に示すように良好な研磨面が得られた。しかしながら内面全体の約6割に相当する(ロ)の研磨面には(c)に示すような横すじが認められた。前記横すじの本質およびこのような研磨程度の差が生じた理由は現時点では不明である。またコーティング膜厚が少なかった口付け部分の一部(ハ)には(d)に示すように膜厚の不足が原因と思われるダイヤモンド膜の部分的な剝離が認められた。

図11には後述する引抜き試験のための比較材として用意した(a)超硬ダイス(K10相当品でダイヤモンドコーティングを施していないもの)、(b)焼結ダイヤモンドダイスの内面のSEM観察結果をそれぞれ示す。単結晶ダイヤモンド(粒径 $4\sim 10\mu\text{m}$ 程度)をコバルトで焼結して作られた(b)焼結ダイヤモンドダイスにはダイヤモンド粒子を網目状に取り囲む軟質なコバルトの存在が認められる。しかし同じコバルトでWC粒子を焼結して作られる(a)超硬ダイスの場合はWCの粒径が $2\mu\text{m}$ 以下と小さいために焼結ダイヤモンドに見られるような網目状のコバルトの分布は明確には認められない。

これらダイスの表面粗度であるが前述したダイヤモンドコーテッドダイスも含めて、定量値の直接測定はダイスの

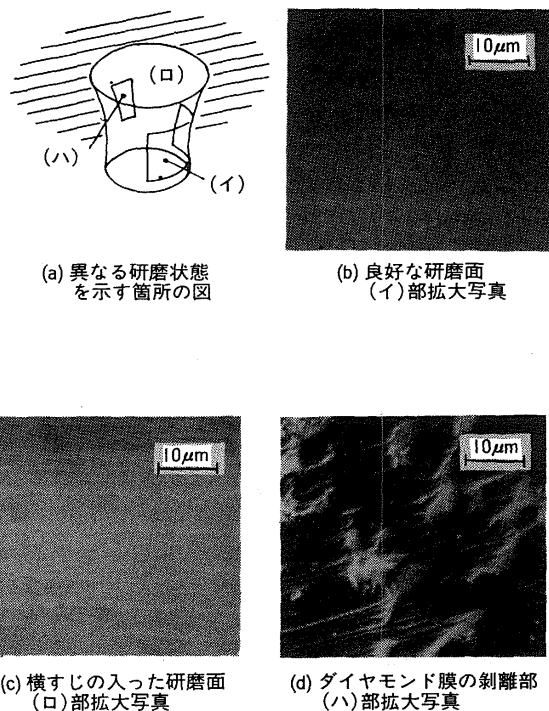


図10 研磨加工後のダイス内面の観察結果

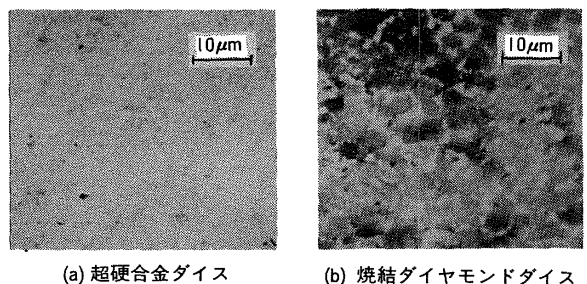


図11 比較のために用意した各種ダイス内面の観察結果

形状ゆえに実施不可能であったもののSEM写真から判断すると、いずれのダイスも $R_{\text{max}} 0.1\mu\text{m}$ 程度に仕上がっているものと思われる。

3.2.3 鋼線の引抜き試験による評価

引抜き試験は軟鋼線〔SWRM12 相当品(引張強さ:510 MPa)〕と硬鋼線〔SWRH82A 相当品(引張強さ:1274 MPa)〕の2種類で、いずれもリン酸亜鉛皮膜による表面前処理を施したものである。引抜きは潤滑油として日本工作油製 TNK-502K(粘度:152 cst/30℃)を塗布して行い、引抜き速度は $100\text{mm}/\text{min}$ とした。比較ダイスは(a)超硬、(b)焼結ダイヤモンド、(c)ダイヤモンドコーテッドダイスの3種類である。

図12には引抜き後の試料のSEM観察結果を示す。潤滑油を使用したためか材質の異なる各ダイスによる引抜き応力に顕著な差は認められなかったが、図12からわかるように、引抜き後の試料表面を比較すると(a)超硬ダイスに比べ(b)、(c)の両ダイヤモンドダイスによる試料はより平滑な引抜き面が得られている。

このようにダイヤモンドコーテッドダイスは軟鋼線の引抜きも可能な程度の付着力を示した。しかしながらより条件の厳しい硬鋼線の引抜きを試みたところ、引抜き中にダイヤモンド膜が全面的に剝離した。この剝離は研磨後の段階で存在しているダイヤモンド膜の剝離箇所が起点となって

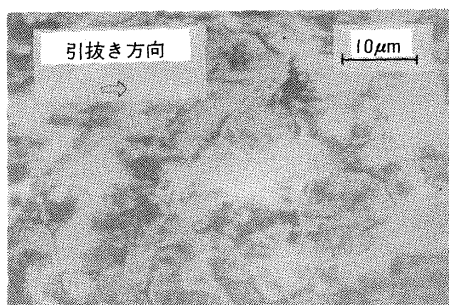
全面的に発生したものと推定される。すなわちこの場合その他の領域におけるダイヤモンド膜の付着力は得られていたのではないかと考えている。

4. おわりに

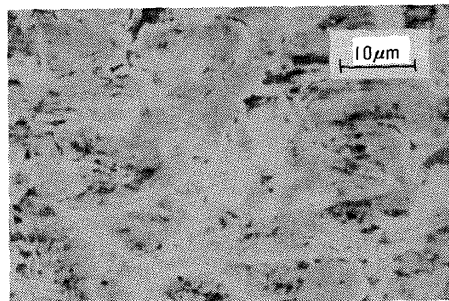
まだ実際の実用例はないもののCVDダイヤモンド膜の塑性加工工具への応用は塑性加工が切削よりも熱的に楽な加工条件となるので潜在的に有望であるというのが著者の考えであり、これらについて著者らの研究室で行った評価結果を例示しながら紹介した。確かに本格的に塑性加工工具に応用されるためには解決すべき技術的問題点も多いが、CVDダイヤモンドの応用研究はまだ緒についたばかりであり、これらの問題点も近い将来解決され、ダイヤモンドの優れた特性を生かした塑性加工工具が実現されるものと著者らは期待している。

参考文献

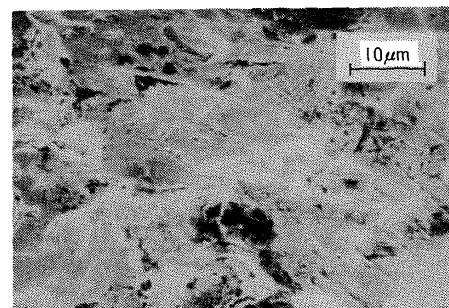
- 1) 瀬高信雄・松本精一郎・加茂陸和・佐藤洋一郎：応用物理,52(1983),29.
- 2) 伊藤利通：機械と工具,34-12(1990),61.
- 3) 岡村泰彦・吉村寛範・江藤浩之・菊地則文：ニューダイヤモンド,7-1(1991),36.
- 4) 吉川昌範：1989年精密工学会春季講演論文集,1005.
- 5) 広瀬洋一他4名：応用物理,56(1987),247.
- 6) 伊藤利通：ニューダイヤモンド,4-2(1988),32.
- 7) 栗山康彦他6名：1989年精密工学会春季講演論文集,1009.
- 8) 村川正夫・竹内貞雄・村上雄二：41回塑性加工連合講演会論文集(1990),153.
- 9) 入江督：塑性と加工,21-232(1980),382.
- 10) 例えば,ダイヤモンドツール(1987)660,(日経技術図書).



(a) 超合金ダイスによる



(b) 焼結ダイヤモンドダイスによる



(c) ダイヤモンドコーテッドダイスによる

図12 軟鋼線の引抜き後の試料表面のSEM観察結果

(原稿受付日/8月17日*日本工業大学工学部機械工学科教授)