

超精密プレス金型のための新表面改質加工技術の研究開発

独立行政法人 理化学研究所

専任研究員 片平 和俊

(平成 16 年度研究開発助成 AF-2004003)

キーワード：超精密金型，表面改質加工，拡散浸透

1. 研究の目的と背景

近年，精密部品のネットシェイプ加工に用いられる超精密プレス金型は，ナノレベル精度と表面品位，そして表面の耐久性，耐食性，トライボロジー特性等が要求されている．さらなる高品位化に際して，一層の精度と表面機能の両立が求められている．

そのため，超精密プレス金型に対する優れた表面改質技術の重要性が叫ばれている．しかしながら，超精密プレス金型開発において，ナノ精度加工と表面改質を両立することは難しく，特に半導体リードフレームやリフレクタミラーのような微細な電子・光学素子用のプレス金型加工においては，新しい表面改質技術開発が急務とされている．

また，金型精度の不具合やメンテナンス頻度の問題，そして成型材料の付着や離型性の問題等から，コストやエネルギー効率の観点からも改善が求められている．そのため，当該課題によるアプローチは極めて新しく，統一的なプロセス技術で諸課題の解決ができれば，我が国の金型製造技術，光学部品開発のリードを保つことが可能となる．

本研究では，金型鋼や超硬合金を素材とする超精密プレス金型を研削加工する際に，加工と同時に電解による被膜形成と砥粒成分元素の浸透拡散により，耐摩耗性，耐食性，成形性などの著しい改善とともに，ナノ精度との両立を図ることで，金型の高機能化を実現する新しい表面改質加工技術を開発し実用化する．さらに，プレス金型のトライボロジー特性や耐食性の改善を目的として付与される DLC（ダイヤモンドライクカーボン）などの硬質薄膜との化学的親和性に優れ密着性が向上する表面改質加工面を創製する．

2. ナノ精度金型加工および新表面改質加工技術の開発

2・1 物質置換現象に基づく新しい表面改質加工プロセスの開発

金型の超精密機械加工プロセス中における，酸素・窒素・炭素等の元素の拡散現象に起因する表面改質層の生成メカニズムを掘り下げて解明し，改質プロセスを自在にコントロールするための実験・検証を行った．ここで，一般に射出成形金型などにはステンレス鋼や Ni コーティング金型が適用され，ガラスモールドを含む熱圧縮成形金型には超硬合金や蒸着処理した硬質膜コーティング金型材が求められることから，本実験で対象とする金型素材は，ステンレス鋼（SUS 316），および超硬合金（WC，TiC 系複合材）とした．

2・2 ステンレス鋼の表面改質加工効果

本実験で対象とする金型素材であるステンレス鋼（SUS 316），および超硬合金（WC，TiC 系複合材）に対する超精密加工には，申請者らがこれまで進めてきた超精密自由曲面研削技術を適用した⁽¹⁻³⁾．

#325 および #2000 の粗加工から #8000 の仕上げ加工に至るまでの平均粗さ Ra の値を整理して図 2-1 に，加工後のワークを図 2-2 に示す．いずれの結果からも，本手法を適用することにより，耐食金型材料である SUS316 鋼に対して研磨加工と比較して遜色なく鏡面加工できることが明らかとなった．

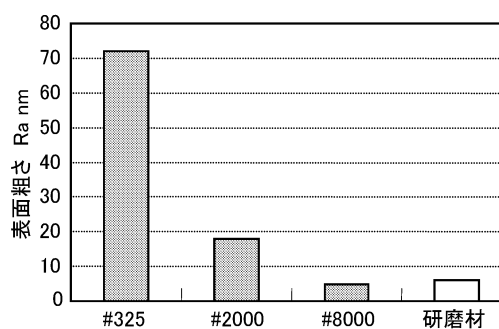


図 2-1 表面粗さ測定結果

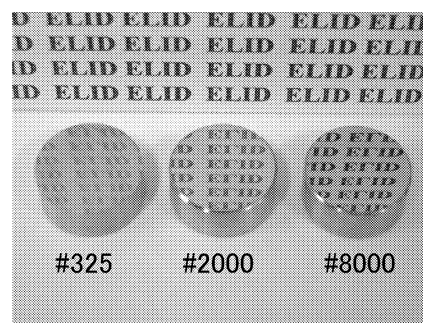


図 2-2 加工後のワーク

加工したステンレス鋼が表面改質効果を有するかを調べるため，エネルギー分散型元素分析装置（EDX）を用いて表面元素分析を行った結果を図 2-3 に示す．図 2-3 中，特に注目すべき箇所を矢印で示すが，本手法を施した加工表面からは酸素元素の著しいピークが検出されている．これに対し，比較材である研磨加工を施した表面からは同元素は微量しか検出されていない．ここで，EDX はその測定原理の制約上，サンプル表面から数十ミクロン程度の深さまで検出した元素濃

度の平均値を表示するものであるため、皮膜の状態をより詳細に把握するためには、さらに検出分解能に優れる光電子分光装置 (XPS) を使用する必要がある。

加工したステンレス鋼の最表面の状態をより詳細に調べるため、XPS を用いてそれぞれ表面改質加工材、研磨材に対して表面から内部深さ方向に、Fe, Cr, O の元素を測定対象として分析した結果を図 2-4 (a),

(b) に示す。同図より、本手法を施すことにより、研磨材と比較して表面付近の酸素の拡散濃度が高いことがわかる。本研究で適用した、超精密研削技術 (電解インプロセスドレッシング) では、導電性砥石と電極の間に発生する高い電位差により、その隙間に供給されている研削液中において水の電気分解が生じ、水酸化物イオンおよび溶存酸素濃度が著しく高くなるものと考えられる。この水酸化物イオンおよび溶存酸素が、加工によって活性化されたワーク表面へ浸透拡散したものと推察される。

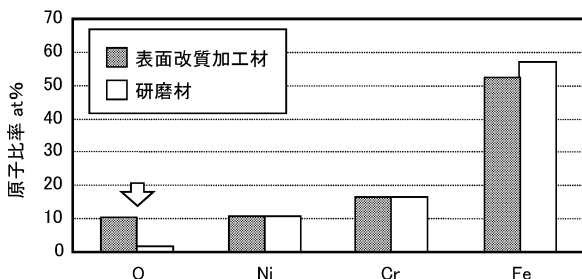
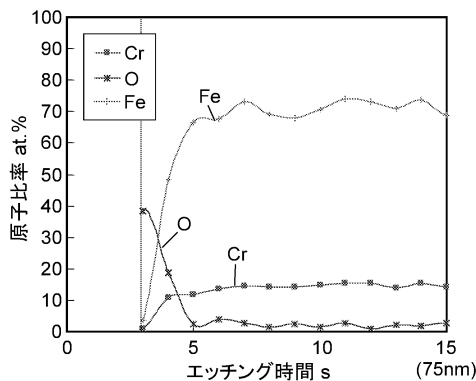
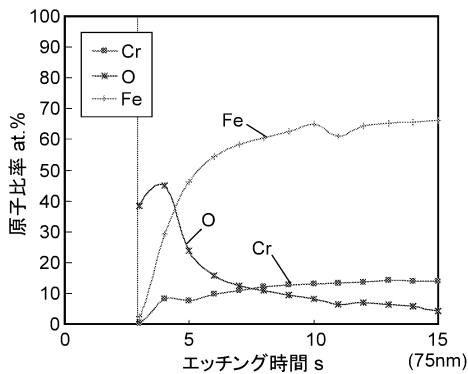


図 2-3 EDX による加工表面の元素分析結果



(a) 研磨材



(b) 表面改質加工材

図 2-4 XPS による表面から内部深さ方向への元素分析結果

(測定対象元素 ; Fe, Cr, O)

一方、ステンレス鋼をガラス成形へ適用する場合、実用上の圧縮成形工程の温度は 600℃以上が求められ、金型が受けるダメージは甚大である。そこで本研究では、上記の表面改質加工および研磨加工を施した試験片に対して、大気炉を用いて高温酸化処理を行い、処理後の試料表面がどのように変化するかについて、詳細な分析を行った。その結果に基づき、物質置換現象を伴う表面改質加工手法と高温酸化処理の新しい複合改質プロセス開発する可能性について検討した。

本実験では、600℃、10 分保持の高温酸化処理を表面改質加工材および研磨材に施した。その後、大気炉から取り出して簡便にマクロ観察を行った結果を図 2-5 に示す。表面改質加工材は表面全体が光沢性を有し、青紫色に発色していた。一方、研磨材は光沢性を有せず、全体的に錆びたような茶褐色であり、局部的に表面が剥離している箇所も観察された。

表面改質加工材が研磨材の酸化挙動と全く異なる原因として、図 2-3, 4 で分析したように、酸素を多く含む拡散層が高温酸化処理中の酸化皮膜形成に大きな影響を及ぼすものと考えられる。すなわち、表面改質加工材では、高温酸化処理によりその表面に緻密かつ均一な結晶構造を有するスピネル型複酸化物 $FeCr_2O_4$ および Cr_2O_3 が作製され、それらの皮膜が保護層として作用したものと考えられる⁽⁴⁾。

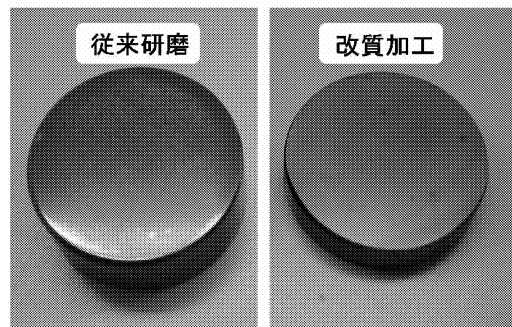


図 2-5 高温酸化処理後のマクロ観察結果

これまでの結果より、ステンレス鋼に仕上げ加工として本手法を適用した場合、研磨した場合に比べて高温酸化処理後も光沢を有する高品位な表面が得られることが分かった。この結果は、金型の耐久性を左右する摩耗特性の改善に寄与するものと期待できる。そこで、高温酸化処理により表面改質加工材および研磨材の表面に形成された酸化皮膜層の摩耗特性を調べるため、往復摺動型摩耗試験を行った。なお、試験条件は、摺動速度 5mm/s、試験荷重 0.1N とした。試験結果を摩擦係数 μ とすべり摺動回数の関係に整理し図 2-6 に示す。同図より、表面改質加工材の摩擦係数 μ は、研磨材のそれに比べ低い値を保っていることがわかる。前述したように、表面改質加工材は研磨材に比べて高品位な表面粗さを有すること、また形成された酸化皮膜と基材との密着性が良いことが優れた摺動特性を示した要因の一つであると考えられる。

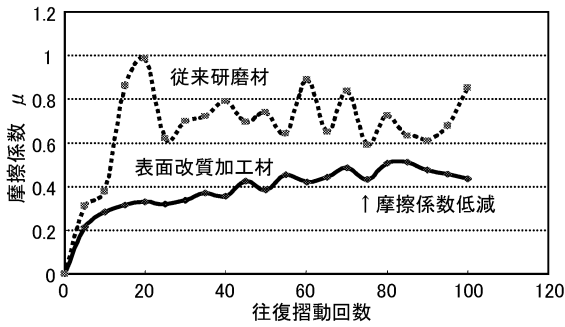


図 2-6 往復摺動型摩耗試験結果

2・3 超合金の表面改質加工効果

本節では、ガラスモールドを含む熱圧縮成形金型に使用される超合金の表面改質加工を行った。対象とした金型素材は、TiC系バインダーの超合金とした。なお、ここでは、表面改質層形成に影響を及ぼすパラメーターの一つであると考えられる砥石ボンド材成分に注目し、一般に用いられるCuボンド砥石に加えて、次節で述べるDLC皮膜との密着力向上も想定し、皮膜との化学的親和性に優れるCrを含めてボンド材として採用した。

加工後のワークおよび表面粗さ測定結果を図2-7、8に示す。本手法を施した両材と比較して、やわらかい研磨パッドで加工した研磨材の表面形状は若干歪んで見えることがわかる。また、超合金の仕上げ加工として本手法を適用した場合、研磨した場合に比べて優れた表面性状を有することが確認できた。さらに、ボンド材にCuを使用するよりも、Crを使用した場合、より一層高品位な表面が得られることが分かった。

そこで、加工前のCrボンド砥石表面に対し、SEM観察およびEDX分析を行った結果を図2-9に示す。粒径数ミクロンのダイヤモンド砥粒がシャープなエッジを有していることが確認できる。

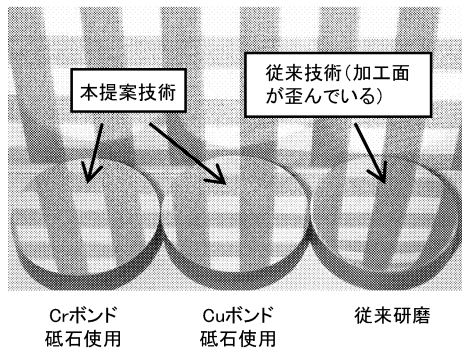


図 2-7 加工後のワーク表面

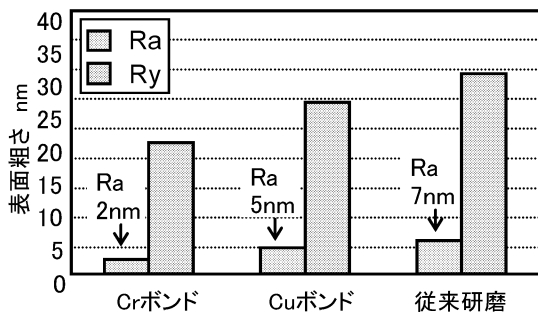


図 2-8 表面粗さ測定結果

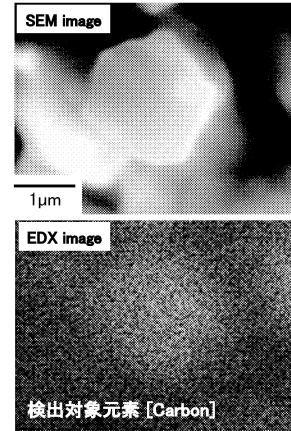
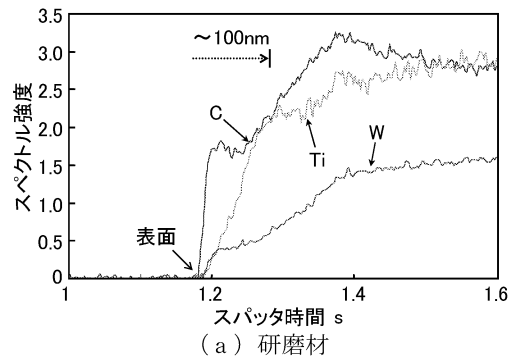
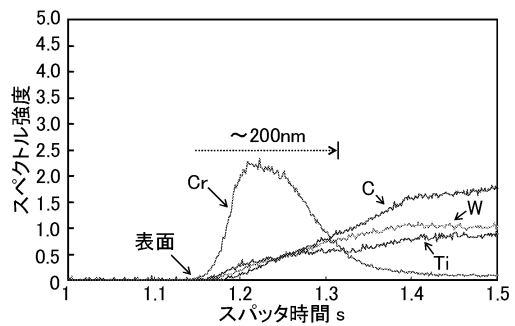


図 2-9 Cr ボンド砥石表面のダイヤモンド砥粒

加工した超合金が表面改質効果を有するかを調べるため、研磨材およびCrボンドシリーズに対して、GDOES（グロー放電発光分光装置）を用いて表面から内部深さ方向に表面元素分析を行った結果を図2-10(a)、(b)。なお、今回の分析では表面近傍に存在す可能性のあるボンド材成分(CrおよびCu)に着目したため、これらの元素の検出能を高めて分析を行った。したがって同図に示したデータは絶対的な定量値を表しているわけではないが、条件を揃えて分析を行っているため各シリーズを相対的に比較することは可能と判断した。同図(a)から研磨材では基材成分であるW、Ti、Cのみが検出されていることが分かる。一方、同図(b)ではスパッタ時間約1.3秒付近(表面から数10nm)を中心にCuやCrのピークが検出されている。すなわち、Crボンドで加工した表層には、ボンド材成分であるCrやCuが存在していることから、ボンド材の調整により、任意に表面改質層を創製できる可能性が十分に示唆された。また一方で、Crをボンド材として使用することで、ワーク表面への酸素の拡散を一層促進できるという非常に興味深い結果も得られている。



(a) 研磨材



(b) 表面改質加工材

図 2-10 GDOES による元素分析結果

2・4 DLCコーティング膜との密着性に優れる表面改質加工層の創製

高温・高圧下で使用する成形用金型が受けるダメージは大きく、メンテナンス頻度の増大や型寿命が懸念される。そこで、マイクロ成形金型の超精密化と長寿命化を両立させるためには、ナノレベルの表面加工のみならず、耐摩耗性、耐食性等の表面機能を付与する硬質薄膜の適用が必須である。マイクロ成形金型のコーティングにおいては、耐食性や成形時の離型性が優れるとされるDLC（ダイヤモンドライクカーボン）皮膜が広く用いられている。ここでは、DLCとの化学的親和性に優れ、密着力を向上させる表面改質加工層を創成する。そのための表面改質専用砥石（砥粒、ボンド材、複合比）などの開発を進め、このプロセスをコントロールするための実験・検証を行った。

ここで、基本的には前節でも使用したステンレス鋼および超硬合金に対して、加工後にDLC薄膜を被覆して、基材と薄膜の密着性をスクラッチ試験機により評価した。DLCコーティングはイオン化蒸着法を用いて C_6H_6 プラズマ、バイアス $-2KV$ の条件下で行った。なお、本研究におけるDLC皮膜の膜厚は約800nmである。スクラッチ試験は、図2-11に示すように、荷重を加えながら試料表面を球形のダイヤモンド圧子で引っ掻き、光学顕微鏡に基づいて同定される皮膜の割れの現象に対応したBuckling crackの値を測定し密着性を評価した^(5, 6)。ここで、Buckling crackとは膜に穿かれたスクラッチ痕に割れ（チッピング）が入り始める荷重値である。実際にDLC薄膜を被覆した金型材が使用される際に最も重要な因子はBuckling crackの値であると考えられる。なぜなら、実際に使用される金型ではチッピングなどの割れが発生した時点で製品としての機能が失われるため、再度DLC薄膜をコーティングするか再研磨をしなければならないためである。そこで本研究では、Buckling crackの値に注目した。

ステンレス鋼（SUS420J2相当）、超硬合金に対してDLCコーティングを施し、それらの表面にスクラッチ試験を行い、Buckling crackの値を測定した。その結果を図2-12、13に示す。まず、すべての条件において、表面改質加工材は研磨材よりも大きな脆強度を示していることがわかる。この結果から、本手法を施すことにより、DLC薄膜との密着性が明らかに改善されたことがわかる。かかる密着性の向上の原因は、加工プロセス中に砥粒あるいはボンド材から浸透拡散した元素（C、Si、Crなど）がDLC薄膜との化学的親和性が優れることによる化学的密着力の改善であると考えられる。一方で、本手法によって基材の表面硬さが向上し、コーティング層との硬度差が緩和され、物理的密着力もある程度改善していると考えられる。

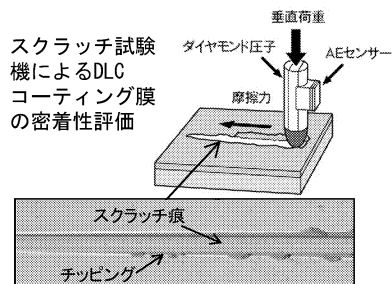


図2-11 スクラッチ試験の様子

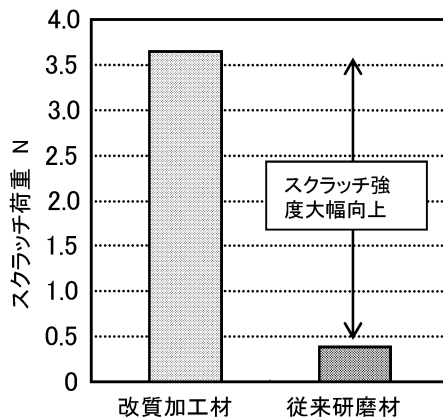


図2-12 ステンレス鋼にDLCを施し密着性を評価した結果

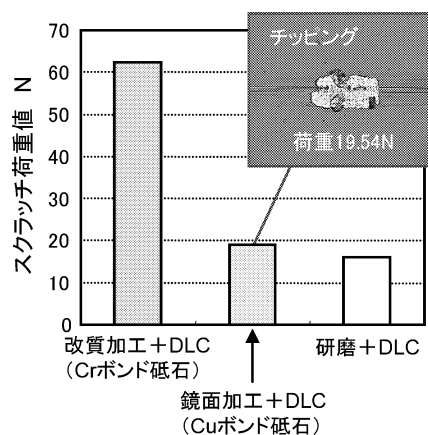


図2-13 超硬合金にDLCを施し密着性を評価した結果

3. まとめ

成形金型表面を数nmの鏡面性状に仕上げるために、申請者らがこれまで進めてきた超精密自由曲面研削技術の適用とともに、平均粒径 $2\mu m$ の超微粒ダイヤモンド砥石を使用し、超精密金型用超硬合金（WCおよびチタン炭化物複合素材）の表面加工を行い、平均粗さ2nmの高品位表面を達成している。一方、金型材として用いられる金属系材料の表面機能（耐食性、耐摩耗性）は表面の酸化皮膜によってもたらされることに着目し、研削中に金型材料表面に酸素元素を物質置換させることにより、高温酸化後に強固かつ安定なスピネル複酸化物を生成させることに成功している。一方で、クロム等をボンド材として混合させた砥石を新たに開発し、改質加工に使用することにより、ワーク表面の物質置換現象をより一層促進させるとともに、加工後にDLCコーティングを施した場合その密着性が著しく改善されることを明らかにしている。

開発した提案技術は、複雑三次元形状を有するプレス金型の超精密加工において、形状と表面をナノ精度で加工するとともに表面改質を行えること、さらに砥粒元素の浸透拡散による物質置換を行うことで、さらなる機能性を付与できるものと考えられる。表面改質加工を施した金型の長寿命化、加工・表面処理時間の短縮等により、従来技術と比較して数分の1以下のエネルギー消費量を実現する省エネルギー効

果をもたらすことも期待できる。当該課題によるアプローチは極めて新しく，統一的なプロセス技術で諸課題の解決ができれば，我が国の金型製造技術のリードを保つことが可能となるであろう。

謝 辞

本研究は財団法人天田金属加工機械技術振興財団に研究開発助成として採択されたものであり，同財団からの研究助成に対し心よりお礼申し上げます。

参考文献

- 1) Ohmori, H., Nakagawa, T., 1995, Analysis of Mirror Surface Generation of Hard and Brittle Materials by ELID (Electrolytic In-Process Dressing) Grinding with Superfine Grain Metallic Bond Wheels, *Annals of the CIRP*, 44/1: 287-290.
- 2) Ohmori, H., and Nakagawa, T., 1997, Utilization of Nonlinear Conditions in Precision Grinding with ELID (Electrolytic In-Process Dressing) for Fabrication of Hard Material Components, *Annals of the CIRP*, 46/1: 261-264.
- 3) 大森整，片平和俊，林偉民，上原嘉宏，小茂鳥潤，渡邊裕，大森宮次郎：“マイクロ加工に対応したナノ表面品質と機能を実現するELID研削の効果”，*機械と工具*，46，2(2002)61.
- 4) 齋藤安俊：“金属の高温酸化”，*内田老鶴圃*，69.
- 5) Stringer J.：“*Werkst u. Korros*”，23 (1972)747.
- 6) 山本修二，市村博司：“セラミックコーティング膜の密着力の評価”，*資源と材料*，107，8 (1991) 576.