マイクロ精密プレス金型内面への

高耐久性傾斜膜コーティング技術の開発

首都大学東京大学院 システムデザイン研究科 知能機械システム学域
助教 清水 徹英
(平成 25 年度一般研究開発助成 AF-2013028)

キーワード:精密プレス加工,硬質膜コーティング,高出力インパルスマグネトロンスパッタリング

研究の目的と背景

サブ mm オーダーの微細部品の量産技術として活躍す る精密プレス加工分野においても,加工寸法の微小化に伴 う潤滑機能の低下,製品のハンドリング性や製品清浄度の 観点から,プロセスのドライ化が求められている¹⁾.

精密プレス加工では、サブ mm~µm オーダーの極小寸 法を対象としており、その製品精度はさらに一桁下のサブ µm オーダーの精密性が要求される.特に金型の僅かな摩 耗現象は、急激な精度の劣化を引き起こすため、現状の実 生産現場では、約1万ショットの成形がその要求精度を確 保するための金型寿命とされている.特に、抜き加工やし ごき加工等のダイ内側面は過酷な接触条件下にあり、より 高い耐摩耗性、耐凝着性が要求される.

しかし,精密プレス加工が対象とする金型のダイ内径は, サブ mm オーダーの微細穴であり,成膜プロセスにおける 蒸着粒子が入り込みにくく,開口形状品への成膜と比較し て膜質が劣化し,その制御も困難となる.しかしこれまで, 微細穴内側面の膜質向上に着目し,その制御性に関して系 統的に検討した研究例は少ない.

ー方,トライボコーティングを目的とした硬質膜形成技術として,既にアークイオンプレーティング(AIP)やアンバランスドマグネトロンスパッタリング(UBMS)等のイオン化物理蒸着法(I-PVD)が各種工業製品に応用される中²,これらに次ぐ新しいスパッタリング技術として,高出カインパルスマグネトロンスパッタリング(High Power Impulse Magnetron Sputtering,以下 HiPIMS)が着目されて

いる³⁾. HIPIMS プロセスでは, 従来の DC 電源に変わり, パルス電源を用いて,数 10~数 100 µsec 程度のパルス幅 で 1kHz 以下の比較的低い周波数のパルス電力を付与する ことにより,ピーク値にして数 kW/cm²(従来の DC マグ ネトロンスパッタリング(以下 dcMS)の 1000 倍)にも達す る大電力を投入する⁴⁾. これによりスパッタリングガスお よびターゲット材料のイオン化率が著しく向上し,より緻 密で平滑性の高い膜が得られることが多く報告されてき ている⁵⁾.

そこで本研究では、精密プレス加工特有の接触環境に対応した膜構造設計に基づいて、微細穴内側面の膜質を精密に制御し、その耐久性向上を図ることを研究目的とした.特にその成膜手法として、高いイオン化率による蒸着粒子

の流れの制御が期待される HiPIMS 技術の適用可能性を検証した.

本報告では、助成期間中における代表的な研究成果 ^の として、微細孔内側面における HiPIMS コーティング膜特 性に関する研究成果を述べた後、その膜の密着性・耐摩耗 性および実加工試験としての精密円筒絞り加工への適用 事例について、従来の成膜法である直流マグネトロンスパ ッタリング(以下 dcMS)により形成した薄膜との比較検討 結果について報告する.

2. 実験方法

2.1 実験装置の概要

HIPIMS 成膜装置として,(地独)東京都立産業技術研究 センター所有の HIPIMS 用パルス電源システム SIPP2000 (Melec 社製)を装備した半産業用 PVD コーティングシステ ム DominoMini (Sulzer Metaplas 社製)を用いた.HIPIMS プ ロセスの比較対象として,同 HIPIMS 用電源を dcMS モー ドに切り替え,同一成膜チャンバー内で成膜実験を実施し た.成膜材料としては,金型用硬質膜として汎用的な TiAIN 膜を対象とした.HiPIMS および dcMS の成膜条件 を表 1 に示す.ターゲット材料には,Ti₃₃Al₆₇at% 合金を 用いた.基板ーカソード間距離を 70 mm として,アルゴ ン(Ar)ガスおよび窒素(N₂)ガスを導入する事により,TiAIN 膜を形成した.ターゲットへの時間平均出力は,7.5kW 一 定とした.基板バイアス電圧は 50V とした.

成膜ユニット	Domino mini (Sulzer Metaplas 社製)	
成膜モード	HiPIMS	dcMS
ターゲット材料(寸法)	TiAl 33/67at% , (45x7.5 [cm ²])	
T-S 間距離	70 [mm]	
プロセス圧力	0.5 [Pa]	
基板温度	450 [°C]	
バイアス電圧	-50 [V]	
平均出力	7.5 [kW]	
ガス流量 (Ar/ N ₂)	100/30 [sccm]	70/70 [sccm]
印加パルス条件	$t_{\rm on}$: 50[µs], f = 1[kHz]	-

表1 各種成膜条件



圧値の時間推移

TiAlN 膜を形成する基板としては,直径 φ15 mm×厚さ 5mm の高速度工具鋼(HSS, JIS:SKH51)を用いた.特に微 細孔内面における成膜後の膜評価を実現させるため,図1 に示すような板厚 1mm のステンレス鋼製櫛刃状治具を用 いた.上記 HSS 基板の成膜面を向かい合わせその間に同 櫛刃状治具を挟み込むことで,断面形状が幅 1 mm×1.2 mm,孔深さ 7mm の微細矩形孔を実現した.図に示すよ うに,孔入口部を TiAl 合金ターゲット面と対向面に設置 し,成膜実験を行った.成膜後に両 HSS 鋼基板の成膜部 を評価することで微細孔内側面の評価を実現した.HSS 基板は,チャンバー導入前にダイヤモンドによる鏡面研磨 を行い,その後超音波洗浄を行った.さらに 1Paの Ar ガ ス雰囲気中で高密度プラズマアッシング処理(AEGD 処理 ⁷)による基板洗浄を行った後,成膜を行った.

図2にHIPIMS成膜プロセス中のターゲット出力電流および電圧値をオシロスコープによって測定した代表的な波形図を示す.電流値は,約50µsという短パルス負荷時間内にピーク値にして約1kAという大電流値に達していることが分かる.この際のターゲットの電力密度は,2.2kW/cm²(ピーク値)にも達することから,従来のdcMSとは大きく異なるプラズマ特性が得られていることが推察される.

2.2 HiPIMS コーティング膜の各種特性評価

微細孔側面に成膜された HiPIMS コーティング膜の評価 として、微細孔入口より深さ 1mm および 2mm 部におけ る膜の断面形態を電界放出型走査型電子顕微鏡(FE-SEM) により観察を行った.薄膜の断面試料の作製には、SII XVISION 200TB を用いて集束イオンビーム(FIB)加工によ って実施した.上記各種孔深さにおける表面形態は、SEM 観察と併せて、原子間力顕微鏡(AFM: Veeco 社製)により表 面粗さの定量評価を行った.また各種孔深さにおける機械 的特性を評価するため、マイクロビッカース硬さ試験を実 施した.測定時の垂直荷重は 0.49N とした.

さらに形成した TiAIN 膜の密着性評価として,スクラッ チ試験を行った.先端半径 200µm のダイヤモンド圧子を 用いて,圧子摺動距離 5mm, 摺動速度 5mm/min の条件で 試験を行った.負荷荷重は,初期荷重 0.03N から 100N ま で線形的に増加させ,摩擦係数が急激に上昇した点および 膜の完全な剥離が観察された点における負荷荷重を臨界 荷重 L_c として,その密着性を評価した.

また摩耗特性評価としては、ボールオンディスク型摩擦 摩耗試験を行った.相手材として、直径 6mmの JIS:SUS304 ステンレス鋼製ボールを使用した.精密プレス加工におけ る面圧負荷条件を模擬するため、ヘルツの最大接触面圧 300MPaに相当する荷重として,0.5Nを垂直荷重として負 荷した.摺動速度は 50mm/s とし、摺動回転数 2000 回を 試験の終了条件とした.摺動環境として、室温・無潤滑条 件で行った.試験後の摺動痕を共焦点レーザー顕微鏡によ り表面プロファイルを取得し、摩耗体積を算出することで、 比摩耗量 wsを評価した.

2.3 精密円筒絞り試験による実加工性評価

HiPIMS コーティング膜の実加工性を評価するため,精 密円筒絞り加工試験を行った.同加工試験では,図3に示 すようなドーム型のボタン部品の製造を試みた.同形状を 実現するための抜き絞り型の外観写真および各種寸法を 示した概略図を図4に示す.供試材には板厚50µmのス テンレス鋼 SUS304-H 箔材を用いた.金型材料には,タ ングステンカーバイド(WC)とコバルト(Co)の超硬合金を 用いた.成膜条件としては表1に示す条件により成膜を行 った.絞り速度は,0.1mm/s,無潤滑条件で加工試験を行 い,絞り性の比較として絞りパンチ荷重および加工後の金 型表面形態の変化を評価した.



図3ドーム型ボタン部品の円筒絞り成形後の外観図の



図 4 精密円筒絞り金型ダイセット(a)外観写真, (b)絞りダ イおよびパンチ外形寸法概要図^の

3. 研究成果

3.1 微細孔内面における HiPIMS 膜特性の解明

図5は、微細孔内側面における孔入口から1mmおよび 2mm 深さにおける dcMS および HiPIMS により成膜した TiAIN 膜の膜断面 SEM 観察像である. 微細孔内面におい て、dcMS 膜では特に膜質が劣化し、柱状晶間にポーラス 状の欠陥が存在する密度の低い構造が観察されるのに対 し、HiPIMS 膜では、何れの細孔内側面深さにおいても緻 密な膜が得られている. 観察像より算出された成膜速度は, dcMS では深さ 1mm で 1.77µm/h, 深さ 2mm で 0.93µm/h で, HiPIMS では, 深さ 1mm で 1.47µm/h, 深さ 2mm で 0.91µm/h であった. 1mm 部での成膜速度は dcMS との比 較で劣る一方で,よりスパッタ粒子が侵入しにくい穴深さ の深い 2mm 部では、ほとんど差異が見られない. このこ とからも、HiPIMS プロセスにより形成された薄膜の3次 元形状に対する良好な付き回り性が得られている.以上よ り、HiPIMS コーティング膜の微細孔内側面における緻密 性と良好な付き回り性が示された.

図6にHIPIMS および dcMS によって孔内側面深さ 2mm 部位に形成された TiAIN 薄膜の表面形態を SEM により観 察した像および AFM により検証した二乗平均粗さおよび 最大高さ粗さの値を示す.両プロセスの比較において,表 面形態の明確な差異が観察される.特に dcMS では,結晶 粒が散在し粗い表面を構成しているのに対し,HIIPMS 成 膜表面では,10nm スケールの微細な結晶粒が密に存在し ている様子が観察される.測定された表面粗さは,孔深さ 3mm 付近ではほぼ同一の値だが,より膜が形成されてい る 1mm, 2mm の孔深さでは,HiPIMS 膜の方がより低い 測定値が得られている.以上より,上記膜の緻密性とも関 連して,穴内側面においても HiPIMS 膜の方がより平滑な 表面が形成されていることが確認された.

さらに、HiPIMS 膜における機械的特性を評価するため、 各種孔深さにおけるマイクロビッカース硬さを測定した. 図7にその結果を示す.全ての孔深さにおいて同様の押込 み荷重で測定を行ったため、より膜厚の薄い 3mm 深さで は、基材の HSS 鋼の硬度とほぼ同等の 830Hv が両供試材 共に得られているのに対し、孔深さ 1mm、2mm では



図 5 微細孔入口より 1mm および 2mm の 内側面における TiAlN 膜断面 SEM 観察像^の



図 6 微細孔内側面における dcMS および HiPIMS により形成 した TiAlN 膜の表面形態観察(左)SEM 観察像(右)各種表面粗 さデータ^の



図 7 微細孔内側面における dcMS および HiPIMS により形 成した TiAIN 膜のビッカース硬さの比較^の

HiPIMS 膜においてより高い硬さが得られていることが分かる.特に1mm 孔深さでは,dcMS 膜で1565Hv,HiPIMS 膜で,2288Hv が得られており,約30%以上の硬さの増大傾向が示された.これらは,金型への応用を考えた場合,優れた耐摩耗性を実現する上で大きな利点となりうる.

以上より, 微細孔内側面における TiAIN 膜の詳細な分析 により, 従来法の dcMS により形成した膜と比較して, HiPIMS 膜で膜断面構造, 表面形態, 機械的特性において 優れた特徴を有することを実験的に明らかにした.

3.2 膜の密着性および耐摩耗性

図 8 に HiPIMS および dcMS によって形成された TiAlN 薄膜のスクラッチ試験後の光学顕微鏡画像を示す. 図に示 したように, dcMS によって成膜された TiAlN 膜では, 密 着性が低い膜特有の凝集破壊及びバックリングを伴う膜 の破壊形態が観察される. これに対し HiPIMS によって成 膜された TiAlN 膜では, 膜の塑性変形を伴う連続的な膜の 貫通が観察され, その高い密着性が伺える. 横軸に示した 負荷荷重から分かるように, dcMS では, 臨界荷重値 L_c =44N が得られたのに対し, HIPIMS 膜では, L_c =60N が 得られた. このように, HIPIMS によって形成された TiAlN 膜のより高い密着性が確認された.

図9に HIPIMS および dcMS によって形成された TiAlN 薄膜のボールオンディスク試験後のサンプル摺動後表面 の共焦点レーザー顕微鏡観察画像および表面プロファイ ル曲線を示す. HIPIMS によって成膜された TiAlN 膜で







図 9 ボールオンディスク試験後の TiAlN 膜の摩耗摺動痕 の共焦点レーザー顕微鏡画像(a) dcMS 膜, (b)HiPIMS 膜⁶

は、dcMSによって成膜されたものよりも、その摺動痕が 浅く、摩耗量が少ないことが観察される.また dcMSによ って成膜された TiAIN 膜では、摺動痕周辺部に摩耗によっ て発生した摩耗粉が大量に堆積している様子が分かる. SEM-EDX による分析結果より、Fe 及び O 成分が多く検 出されたことから、相手材の SUS304 より発生した摩耗粉 であることが分かる.表面プロファイルより算出された比 摩耗量 w_s は、dcMS 膜では、 w_s =1.63×10⁻¹³m³/Nm、HiPIMS 膜では、 w_s =5.74×10⁻¹⁴m³/Nm となった.以上のように、上 記の高い密着性と併せて、前述した硬い表面硬度に起因し て、より低い比摩耗量が得られ、HiPIMS によって成膜さ れた TiAIN 膜のより高い耐久性が実験的に示された.

3.3 HiPIMSコーテッド金型における精密円筒絞り性

図 10 に dcMS および HiPIMS コーテッド金型を用いた 円筒絞り成形中の荷重-ストローク線図を示す. 図中のエ ラーバーはそれぞれ 10 回のプロセス中における荷重の標 準偏差を示している.本荷重値の比較において, dcMS お よび HiPIMS コーテッド金型ともに,同じ供試材を用いて 金型寸法も同じであることから,ここでの荷重の差異は, 全体の成形荷重に対する成形中の被加工材と金型表面と の摺動における摩擦抵抗に起因しているものと言える.つ まり, HiPIMS コーテッド金型において加工中のより低い 摩擦抵抗が得られていることが分かる.さらにそのバラつ きにおいても, HiPIMS コーテッド金型では dcMS と比較 してより安定した成形荷重が得られている.

これらの荷重の差異を検証するため,両金型における成 形後の金型表面性状を評価した.図 11 に両金型における 初期表面と 10 回加工後の表面性状を示す.ここに示すよ うに成形試験後の金型内面において,dcMS 膜では被加工 材の焼付きが生じたのに対し,HiPIMS 膜ではそのような 被加工材の凝着は観察されていない.これらは,HiPIMS 膜による絞りダイの摺動面および内側面の高硬度化およ



図 10 dcMS および HiPIMS により TiAlN 膜を形成した金 型による精密円筒絞り加工におけるパンチ荷重-ストロ ーク線図の比較^の

び平滑化によって、その耐焼付き性が向上したものに起因 したものと考えられる.またそれにより加工の繰り返しに 伴う安定性も向上したものと考えられる.以上より、 HiPIMS コーテッド金型における実加工試験におけるその 有効性を明らかにした.



図 11 精密円筒絞り加工試験前および試験後の絞りダイ 穴内面光学顕微鏡観察像(a) dcMS 膜 (b) HiPIMS 膜⁶

4. まとめと展望

本研究では、精密微細プレス用金型を対象とした高耐久 性を有する高硬質膜開発を念頭に、HiPIMS 成膜技術の適 用可能性を検証することを目的として、従来の dcMS 膜と の比較検討を行った.その結果、サブ mm スケールの微細 孔内面においても、HiPIMS 膜では緻密な膜構造が得られ、 表面粗さにして $R_{max}=126$ nm、マイクロビッカース硬度 2288Hv の優れた膜特性が実現された.またスクラッチ試 験およびボールオンディスク試験の検討により、HIPIMS 膜におけるより高い密着性($L_e=60$ N)およびより優れた耐 摩耗性(比摩耗量 $w_s=5.74 \times 10^{-14} \text{ m}^3/\text{Nm})$ を示し、高耐久性 膜に対する HIPIMS 成膜技術の有効性を明らかにした. さらに精密円筒絞り加工における実加工性として,上記 優れた膜特性に起因した耐凝着性によって,より低い成形 荷重が実現され,その適用可能性が示された.

本助成期間中におけるその他の検討事項として,成膜時の印加パルス幅の影響の検討により,膜の機械的特性,内部応力,結晶構造の制御が実現されている⁸⁾.これらの知見により膜の傾斜構造化が実現されることで,より高い靭性を有する高耐久硬質膜の開発が期待される.今後はこれら開発した HiPIMS 膜の実耐久性試験を実施することで,その実用化に向けて取り組んでいく.

謝 辞

本研究は公益財団法人天田財団平成 25 年度一般研究開 発助成 AF-2013028 の支援を受けて行われたものであり, 同財団に深甚の謝意を表す.また研究の遂行にあたり地方 独立行政法人東京都立産業技術研究センター森河和雄氏, 寺西義一氏,小宮英敏氏,渡部友太郎氏,長坂浩志氏に多 大なご協力をいただいたことに深く感謝の意を表する.

参考文献

- 1) 清水徹英: 塑性と加工, 54-626 (2013), 235.
- 2) 野村博郎: 塑性と加工, 56-650 (2015), 163.
- V. Kouznetsov, K. Macák, J.M. Schneider, U. Helmersson, I. Petrov: Surface and Coatings Technology, Vol. 122 (1999), 290.
- U. Helmersson, M. Lattemann, J. Bohlmark, A.P. Ehiasarian J.T. Gudmundsson: Thin Solid Films, Vol. 513 (2006), 1.
- K.Sarakinos, J. Alami, S. Konstantinidis: Surface and Coatings Technology, Vol. 204 (2010), 1662.
- T. Shimizu, H. Komiya, T. Watanabe, Y. Teranishi, H. Nagasaka, K. Morikawa, M. Yang : Surface and Coatings Technology, Vol. 250 (2014), 44.
- J. Vetter, W. Burgmer, A.J. Perry: Surface and Coatings Technology, Vol. 59 (1993), 152.
- T. Shimizu Y. Teranishi, K. Morikawa, H. Komiya, T. Watanabe, H. Nagasaka, M. Yang: Thin Solid Films, Vol. 379-1-2 (2015), 39.