

塑性加工トライボシミュレータによる チャンネル型微細溝硬質膜の最適保油構造の探究

地方独立行政法人大阪産業技術研究所
金属表面処理研究部 主任研究員 小畠 淳平
経営企画部 部長 三浦 健一
金属材料研究部 主任研究員 道山 泰宏
経営企画監 白川 信彦
(平成 28 年度 一般研究開発助成 AF-2016031)

キーワード：PVD コーティング，湿式めっき，保油構造

1. 研究の目的と背景

塑性加工用金型の長寿命化に対しては，PVD 法や CVD 法などによる耐摩耗性に優れた硬質膜のコーティングと潤滑油塗布の併用が大きな効果を挙げている．近年，金属材料部材の多様化と高強度化が進み，塑性加工分野では難加工が急増してきた¹⁾．難加工材料の塑性加工では，焼付きやかじりが発生しやすく，金型への負荷と成形物の品質低下を避けるために，潤滑油を大量に使用している．一方で，環境問題の観点から，潤滑油中の極圧添加剤の削減と使用量低減を達成する必要がある，金型の高寿命化と潤滑油の削減を両立できる硬質膜の開発が望まれてきた．

トライボロジー分野では，材料や硬質膜の表面に微細な凹凸構造を形成し，しゅう動部における潤滑油の保持性を高めることで，トライボロジー特性を大きく改善する表面テクスチャリング技術が注目されてきた²⁾．我々のグループでも，金型表面に硬質クロムめっきを施し，めっき膜に形成されている極微小なクラックをエッチングで拡張することで，微細な網目状の溝（以下，チャンネル型微細溝と呼ぶ）を形成し，その上に PVD 法で硬質膜を形成する技術を新たに開発した³⁾．開発膜をコーティングした金型は，オーステナイト系ステンレス鋼の円筒深絞り試験において，成形荷重の低減と潤滑油の低減に大きな効果があることがわかっている³⁾．

一方，表面テクスチャリング技術により形成した凹凸構造のトライボロジー特性は，摩擦条件や潤滑油により大きく変化する⁴⁾．表面テクスチャリング技術の実用化において重要なことは，使用条件に応じて最適な凹凸構造を提供できるか否かである．しかしながら，我々が開発した膜については，種々の塑性加工への効用（溝密度・潤滑油・摩擦条件・被加工材）については把握できていなかった．

本研究では，溝密度・潤滑油・摩擦条件・被加工材の関係を体系的に明らかにし，種々の塑性加工条件におけるチャンネル型微細溝硬質膜の最適保油構造を特定することを目的とする．具体的には，PVD 膜の下地となる硬質クロムめっきの形成条件を変えることで，微細溝の密度が異なるチャンネル型微細溝 PVD 硬質膜を用意し，塑性加工トライボシミュレータによる塑性加工時の摩擦係数の

評価を通じて，各塑性加工条件における最適な保油構造を検討する．また，往復しゅう動摩擦試験を行い，塑性加工トライボシミュレータの結果と比較・検討し，両試験結果の関係性を明らかにする．

2. 実験方法

2・1 硬質 Cr めっきの形成

硬質 Cr の電気めっき形成および微細溝形成のためのエッチング処理は，オテック㈱に依頼した．表 1 に電気めっきの条件を示す．調質した SKD11(60HRC, ラッピング加工)基板上へ電気めっき法により硬質 Cr めっきを施した後，エッチング溶液に浸漬して化学反応により微細溝を形成した．形成される溝密度は，めっき浴の温度と電流密度を変化させて制御した．

表 1 硬質 Cr めっきの基本条件

クロム酸	250 g/L
硫酸	2.5 g/L
電流密度	20 A/dm ²
めっき浴温度	50℃

2・2 CrN 膜の形成

㈱神戸製鋼所製 UBMS202 に搭載されているファインカソード蒸発源を用いて，N₂ 雰囲気下での Cr ターゲットの真空アーク放電により成膜を行った（アークイオンプレーティング：AIP）．基板には調質した SKD11 および上記 2・1 で作製した微細溝硬質クロムめっきを用いた．表 2 に CrN 膜の成膜条件を示す．CrN の膜厚は 3 μm とした．

表 2 CrN 膜の成膜条件

ベース圧力	1×10 ⁻³ Pa
基板バイアス電圧	- 50 V
処理温度	400 ℃
N ₂ ガス圧力	3.3 Pa
アーク電流	70 A
基板回転数	5 rpm

2・3 DLC 膜の形成

㈱神戸製鋼所製 UBMS202 により成膜を行った。成膜条件を表 3 に示す。基材加熱と Ar イオンボンバード処理を行った後、金属 Cr および C ターゲットを用いて、Cr/C 中間層および DLC 層を形成した。基板には調質した SKD11 および上記 2・1 で作製した微細溝硬質クロムめっきを用いた。全膜厚（中間層+DLC 膜）は 3 μm とした。

表 3 DLC 膜の成膜条件

	Cr/C 中間層	DLC 膜
基板温度	200℃	
ターゲット出力	Cr:1.5→0kW C:0→3.0kW	Cr:0kW C:3.0kW
基板バイアス電圧	-50V	
ガス流量	Ar : 120sccm, CH ₄ :12sccm	

2・4 往復しゅう動摩擦試験

微細溝を持たない CrN 膜およびチャンネル型微細溝の溝密度が異なる CrN 膜を用意し、往復しゅう動摩擦試験により摩擦特性を評価した。潤滑油には、フォーマ油 MS95(動粘度 95mm²/s[40℃]) およびフォーマ油 MS20(動粘度 20mm²/s[40℃])を用いた。潤滑油は試験面に滴下し、布で試験面全体に薄く塗り広げた状態で行った。固体潤滑剤は二硫化モリブデン粉末を用いた。相手材はφ10mm の SUS304 ピンとし、試験条件は試験荷重 20kgf、速度 20mm/s、往復ストローク 10mm とした。

2・5 塑性加工トライボシミュレータ試験

塑性加工トライボシミュレータは、圧縮試験が可能な材料試験機に自作のジグを設置し、実際の塑性加工時に近い状態の摩擦特性を評価する装置であり、本研究の共同研究者である白川らによって開発された⁵⁾。本装置は、板押さえおよび曲げダイに挟み込んだ短冊状試験片にパンチを押し込み、ハット曲げ加工を行うもので、成形時の荷重変化を測定でき、さらに、板押さえ荷重 (P) を変化させた際の成形荷重 (F) の変化量から摩擦係数を算出できる。本研究では、溝密度の異なる各種金型を用いてハット曲げ試験を行った。表 4 に試験条件を、図 1 に塑性加工トライボシミュレータ概略図と写真を示す。

表 4 塑性加工トライボシミュレータ試験条件

短冊状試験片	純アルミニウム A1050, SUS304 (長さ 240mm, 幅 20mm, 厚み 0.8mm)
潤滑油	フォーマ油 MS95, フォーマ油 MS20
PVD 硬質膜	CrN, DLC
パンチ速度	50mm/min
板押さえ荷重 (P)	500N, 800N
パンチストローク	30mm

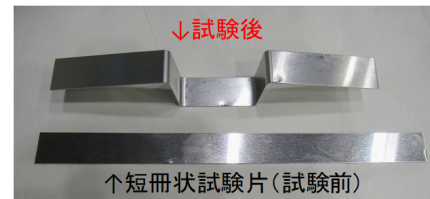
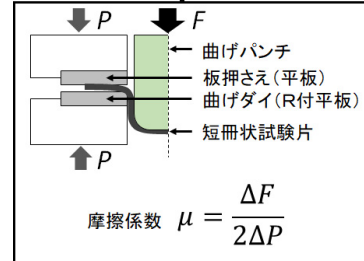
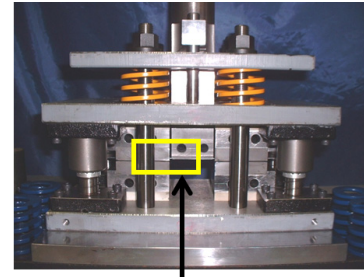


図 1 塑性加工トライボシミュレータの概略図と写真

3. 実験結果

3・1 溝密度の異なる膜の形成

図 2 にめっき条件を制御することで形成した溝密度の異なる硬質クロムめっきの表面 SEM 像を示す。なお、溝密度は単位面積当たりに占める溝の面積と定義する。Image J による画像解析の結果、(a)のめっきの溝密度は約 15%、(b)の溝密度は約 31%であり溝密度が大きく異なる試料を作製することができた。なお、両試料の平均溝幅は、溝密度が低いめっきは約 5.4μm、溝密度が高いめっきは約 4.6μm であり、平均溝幅は同程度であった。

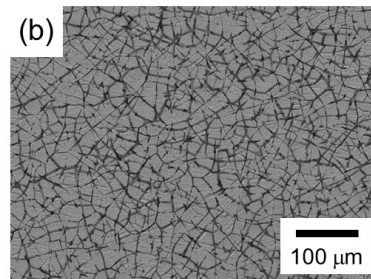
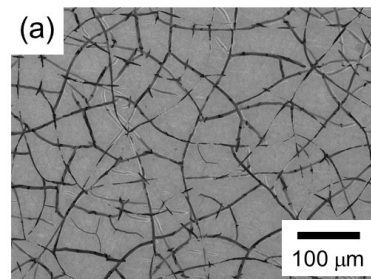


図 2 溝密度の異なる硬質クロムめっきの表面 SEM 像

図3に、図2で示した低溝密度めっきおよび高溝密度めっき上に PVD 法により CrN を形成した膜[(a)および(b)], DLC を形成した膜[(c)および(d)]の表面 SEM 像を示す。CrN および DLC とも溝密度の異なる膜を作製できた。しかしながら、高溝密度の試料では、PVD 膜形成時に下地めっきの溝幅が小さい溝が閉口してしまい、溝密度はめっきままに比べ低下した。(a)低溝密度 CrN 膜、(b)高溝密度 CrN 膜、(c)低溝密度 DLC 膜および(d)高溝密度 DLC 膜の各溝密度は、14.3%、28.0%、11.7%および 22.5%であった。DLC 膜の溝密度が特に低下した理由として、本研究における DLC 膜の形成では、炭素ターゲットのスパッタリング (PVD) に加え、メタンガスの分解反応 (CVD) も利用している。CVD は PVD よりも付きまわり性が優れているため、PVD - AIP 法で形成した CrN と同じ膜厚でも、DLC 膜のほうが溝の閉口が進んだものと考えられる。

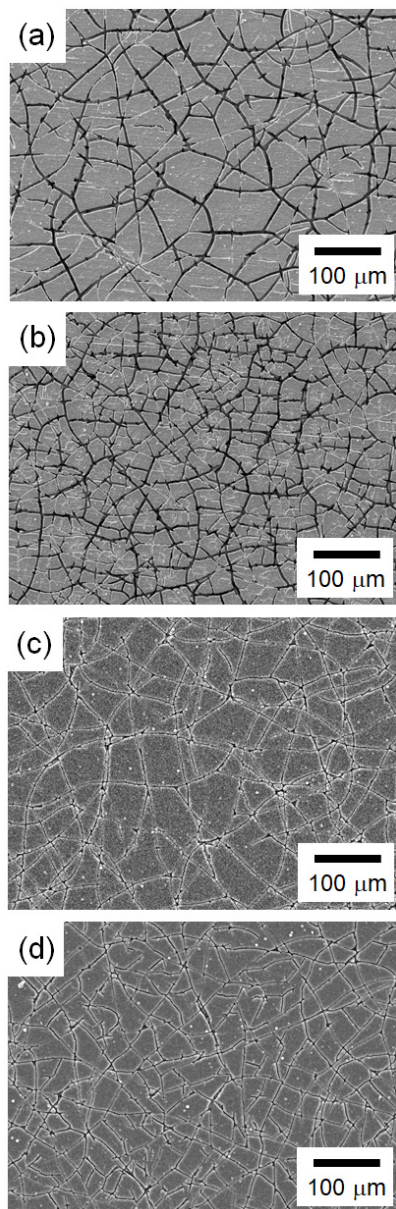


図3 (a)低溝密度 CrN 膜、(b)高溝密度 CrN 膜、(c)低溝密度 DLC 膜および(d)高溝密度 DLC 膜の表面 SEM 像

3・2 往復しゅう動摩擦試験結果

図4に (a)フォーマ油 MS20、(b)フォーマ油 MS95、(c)二硫化モリブデン粉末を潤滑剤として用い、SUS304 ピンを相手材とした溝なし CrN 膜、低溝密度 CrN 膜および高溝密度 CrN 膜の往復しゅう動摩擦試験結果を示す。溝のない CrN 膜は潤滑油の粘度の違いに関わらず、試験後すぐに凝着が発生して、摩擦係数が急増した。一方、溝のある CrN 膜は凝着が起こらず、低い摩擦係数を示した。しかしながら、溝密度の違いに着目すると、潤滑油の粘度に関わらず、溝密度の高い膜が低い摩擦係数を示している。また、同じ溝密度の膜を潤滑油の粘度で比較した場合、高粘度の潤滑油のほうが、わずかではあるが低い摩擦係数を示している。このことから、油潤滑下での摩擦においては、溝密度の高い膜のほうが優れた摩擦特性を示し、油の粘度が高いほうがより微細溝の保油効果を発揮するものと考えられる。なお、固体潤滑剤においても溝密度の高い膜のほうが、摩擦係数の増加が遅れて起こっており、保剤効果が優れていることを示している。

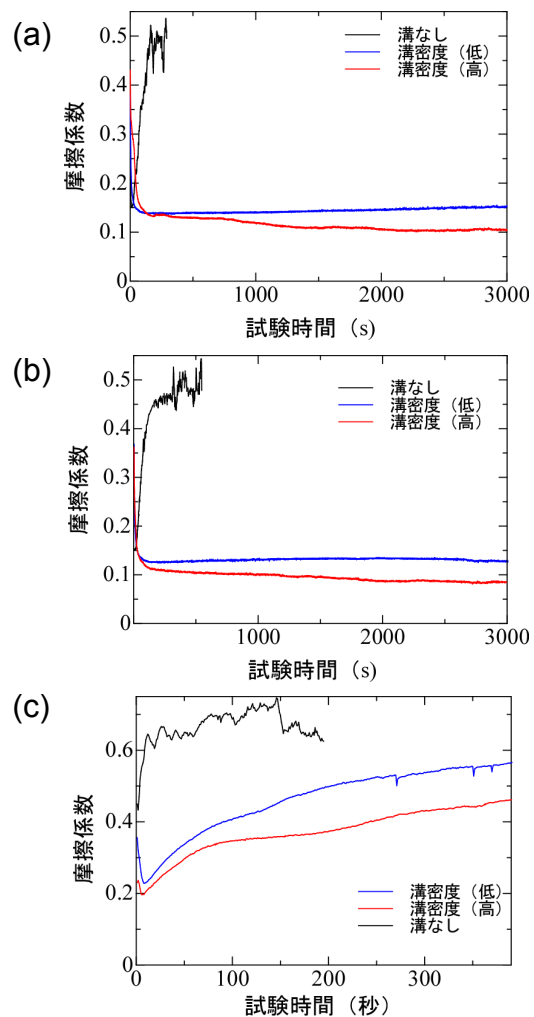


図4 (a)フォーマ油 MS20、(b)フォーマ油 MS95 および (c)二硫化モリブデン粉末を用いて SUS304 ピンを相手材とした溝なし CrN 膜、低溝密度 CrN 膜および高溝密度 CrN 膜の往復しゅう動摩擦試験結果

3・3 塑性加工トライボシミュレータによる ハット曲げ試験結果

図 5 に塑性加工トライボシミュレータから得られる荷重－変位線図の一例として、CrN、DLC を形成した金型およびコーティングなしの金型における、板押さえ荷重を変えて SUS304 板材をハット曲げ試験を行った結果を示す。板押さえ荷重は 500N および 800N であり、使用した潤滑油はフォーマ油 MS95 である。なお、各試験の成形荷重については、パンチストローク 20～30mm の荷重を平均化した値とした。ここで、本実験結果から摩擦係数を算出する方法を説明する。摩擦係数は以下の式を用いて算出する。

$$\mu = \Delta F / 2\Delta P$$

μ は摩擦係数、 F は成形荷重、 P は板押さえ荷重である。

摩擦係数は、板押さえ荷重を変えた 2 回の試験を行い、板押さえ荷重の差分および 2 試験から得られる成形荷重の差分を求めて上記の式に代入することで算出できる。例えば図 5 におけるコーティングなしの金型の場合、 $\Delta F=103\text{N}$ 、 $\Delta P=300\text{N}$ であり、摩擦係数 μ は 0.17 となる。同様の解析を図 5 における CrN および DLC を形成した金型の結果に行うと、各摩擦係数は CrN : 0.14 ($\Delta F=76\text{N}$ 、 $\Delta P=300\text{N}$) および DLC : 0.10 ($\Delta F=60\text{N}$ 、 $\Delta P=300\text{N}$) となる。

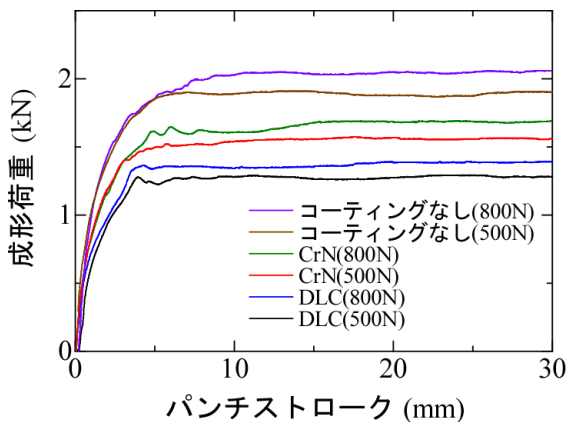


図 5 CrN および DLC を形成した金型およびコーティングなしの金型のハット曲げ試験における荷重－変位線図（板押さえ荷重：500N および 800N、被加工材：SUS304 板材、潤滑油：フォーマ油 MS95）

図 6 に被加工材および潤滑油を(a)SUS304－フォーマ油 MS95、(b) SUS304－フォーマ油 MS20、(c)A1050－フォーマ油 MS95、(d)A1050－フォーマ油 MS20 として、各種コーティングを形成した金型を用いたハット曲げ試験結果を示す。具体的には、本試験では、潤滑油は試験前に金型とパンチに十分に塗布した後は、注油を行わずに連続で 20 回ハット曲げ試験を行った。板押さえ荷重は 500N とした。ただし、連続的な塑性加工試験にともなう摩擦係数の

変化を調査するために、1 回目、10 回目および 20 回目の試験では、板押さえ荷重を 800N に変更した試験を追加で行い、500N の試験結果と比較することで、摩擦係数を算出した。

図 6(a)および(b)の SUS304 の曲げ試験結果では、潤滑油の粘度に関わらず、コーティングなしの金型および CrN 膜金型では、摩擦係数の大幅な増加が起こった。一方、微細溝を持つ CrN および DLC 膜は低い摩擦係数を示しており、保油効果が発揮されている。特に CrN 膜では、微細溝の効果が顕著であった。微細溝を有する CrN 膜では、溝密度が高い膜がより低い摩擦係数を示した。同様に、DLC でも溝密度が高い膜のほうがわずかに低い摩擦係数を示した。また、全ての膜に共通して潤滑油の粘度が高いほうが摩擦係数が低くなった。これらの結果は、先述した往復しゅう動摩擦試験で得られた結果と一致するものであった。

図 6(c)および(d)の A1050 の曲げ試験結果では、CrN 膜では、SUS304 の試験と同様に微細溝を有する膜は、低い摩擦係数を示しており、微細溝の保油効果が発揮されている。一方、DLC 膜については、微細溝の有無に関わらず全ての膜で低い摩擦係数を示した。本試験における試験回数の増加に伴う摩擦係数の増加は、油切れに伴う凝着に起因していると考えられるが、DLC 膜はアルミニウムに対して、低摩擦であり凝着性が低く、この性質が影響していることと考えられる。

膜の溝密度、被加工材、潤滑油の粘度を変えたこれらの試験結果から、チャンネル型微細溝硬質膜の最適な保油構造について、以下の結論が導かれた。

- (1) CrN および DLC 膜とも溝密度が高い膜ほど保油効果が高く塑性加工時の摩擦係数を低くできる。
- (2) CrN および DLC 膜とも潤滑油の粘度が高いほうが塑性加工時の摩擦係数を低くできる。

本研究で実施した SUS304 および A1050 のハット曲げ試験においては、高溝密度の DLC 膜が最も優れた摩擦特性を示す結果となった。DLC 自身が持つ自己潤滑性に加え、微細溝による保油効果が発揮された結果と考えられる。しかしながら、高温環境、樹脂系の被加工材および著しい金型寿命が必要とされる塑性加工では、耐熱性と厚膜化が可能な CrN が適用されており、高溝密度微細溝 CrN 膜が活躍できる可能性は高い。

最適な保油構造の特定には、溝構造が異なる金型を多数作製し、潤滑油・摩擦条件・被加工材を変えた塑性加工を多数実施しなければならず実機による加工では、莫大な金型費用と手間が掛かる。本研究では、塑性加工トライボシミュレータでの実際のプレス成形に近い状態の摩擦特性を評価することで、多数の実験結果から最適な保油構造を特定することができた。さらに、この結論は摩擦状況が大きく異なる往復しゅう動摩擦試験の結論と同じでもあった。このことは、保油構造の金型評価が、汎用の摩擦試験機でもある程度把握できることを意味している。

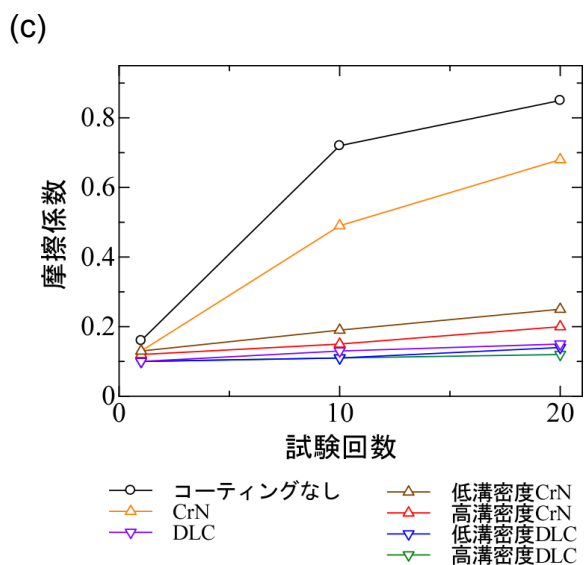
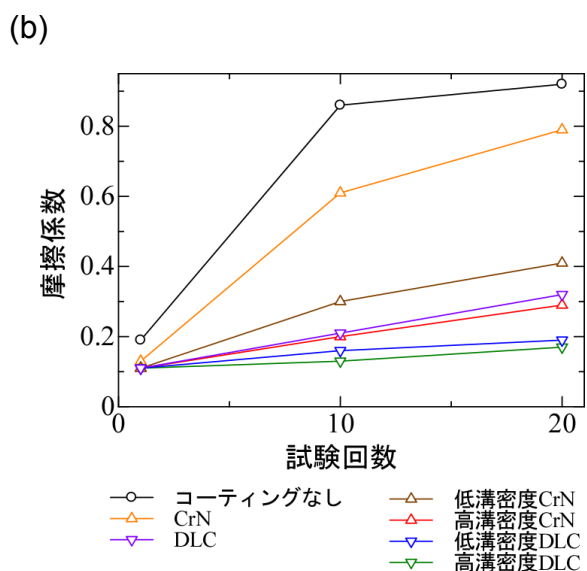
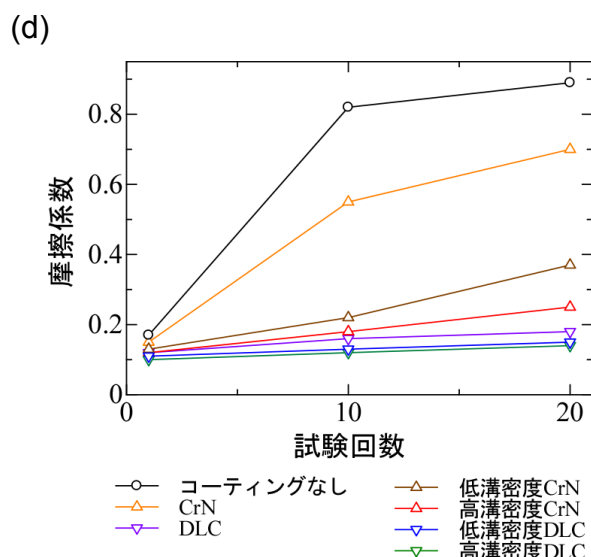
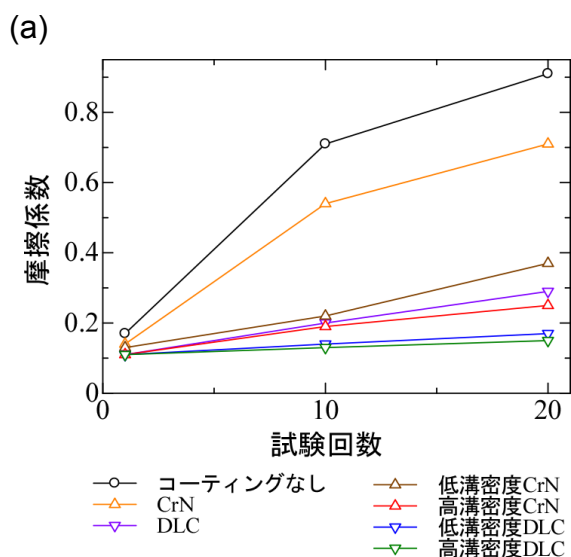


図 6 被加工材および潤滑油を(a)SUS304-フォーマ油 MS95, (b) SUS304-フォーマ油 MS20, (c)A1050-フォーマ油 MS95, (d)A1050-フォーマ油 MS20 として各種コーティングを形成した金型を用いたハット曲げ試験結果

4. 結言

実際のプレス成形に近い状態の摩擦特性を評価できる塑性加工トライボシミュレータにより、チャンネル型微細溝を持つCrNおよびDLC膜の各種塑性加工条件における最適な保油構造を調査した。SUS304およびA1050板材のハット曲げ試験を行った結果、CrNおよびDLC膜とも溝密度が高い膜ほど保油効果が高く、潤滑油の粘度が高いほうが塑性加工時の摩擦係数を低くできることを見出した。すべての試験において高溝密度のDLC膜が最も優れた摩擦特性を示した。そして、最適な溝構造および潤滑油が、往復しゅう動摩擦試験とハット曲げ試験で同じであったことから、往復しゅう動摩擦試験でも最適な保油構造の傾向を掴めることがわかった。

謝 辞

本研究は、公益財団法人天田財団の一般研究開発助成 (AF-2016031) により実施いたしました。ここに記して心より感謝を申し上げます。また、オテック様にはめっき試料の作製をして頂きました。心より感謝を申し上げます。

参考文献

- 1) 土屋能成: 豊田中央研 R&D レビュー, 34 (1999) 3-12.
- 2) 佐々木信也: 表面技術, 65 (2014) 568-572.
- 3) 小島淳平, 三浦健一, 四宮徳章, 森河務, 原野知己, 森本泰行: 表面技術, 67 (2016) 440-446.
- 4) 宇佐美初彦: トライボロジスト, 60 (2015) 255-260.
- 5) 白川信彦, 宮田良雄: 第 56 回塑性加工連合講演会, (2005)571.