

表面から熱劣化したプレス金型用硬質薄膜の 微粒子投射による表面強度評価法の開発

富山県立大学 工学部 機械システム工学科
准教授 宮島 敏郎

(平成 29 年度 一般研究開発助成 AF-2017016)

キーワード：微粒子投射，プレス金型，硬質薄膜，熱劣化，表面強度

1. 研究の目的と背景

近年，自動車業界では，衝突安全性と車体の軽量化が要求され，より比強度の高い部材として超高張力鋼板が多く用いられている．この超高張力鋼板の加工法として，ホットスタンピングが用いられている．このホットスタンピングは，プレス前に鋼板を加熱して成形しやすくし，プレス時に金型内で急冷することにより鋼板の焼入れを可能にしている¹⁾．そのため，ホットスタンピングで用いられる金型は，冷間プレス金型と違い高温に曝されることになり，その環境でも長寿命になる新たな硬質薄膜の開発が進められている．そこで，ホットスタンピングに即した硬質薄膜の熱劣化試験法と熱劣化した硬質薄膜の表面強度評価法が求められている．

硬質薄膜の表面強度評価法として，岩井と松原らは，微小な固体粒子を含有したスラリーを圧縮空気で高速で投射し，硬質薄膜に微小なエロージョンを進行させることで，深さ方向のエロージョンの進行度合いから評価するマイクロ・スラリージェット・エロージョン（以下，MSE と表記）法^{2),3)}を開発・提案している．この方法では，膜単体の強さを表面から内部の深さ方向に対して詳細に評価できることを明らかにしている．

本研究室では，この MSE 法について研究をするとともに，投射粒子に 50 μm 以上の球形粒子を用いる微粒子エロージョン法についても研究を進めている．これは，粒子衝突による深さ方向および面方向の衝突エネルギーを大きくして，繰り返し衝撃を与え，硬質薄膜の損傷の面方向の広がり方を評価することで，MSE 法とは異なる特性を新たに評価できる可能性を示唆している^{4),5)}．

そこで本研究では，プレス金型用硬質薄膜の熱劣化法を新たに構築すること，その手法によって熱劣化させた硬質薄膜の膜質の変化を MSE 試験によって評価すること，硬質薄膜界面の耐剥離性を微粒子エロージョン試験によって評価することで，熱劣化させたプレス金型用硬質薄膜の新しい表面強度評価法を提案する．

2. 実験方法

2・1 供試材料

本研究で使用した試験片の概要を図 1 に示す．熱間工具鋼を基材とし，PVD 法で表面に 5 層の硬質薄膜が成膜された硬質薄膜被覆鋼材試験片を用いた．試験片の寸法は 40

$\times 40$ mm，厚さ 10 mm とした．簡易膜厚測定器（カロテスト）で計測した各硬質薄膜の膜厚は，最表層の 1 層目から順に，6.5 μm ，2.0 μm ，5.2 μm ，1.5 μm ，0.1 μm であった．本研究では，この 5 層のうち，最表層の 1 層目に焦点を当て，硬質薄膜の評価を行った．

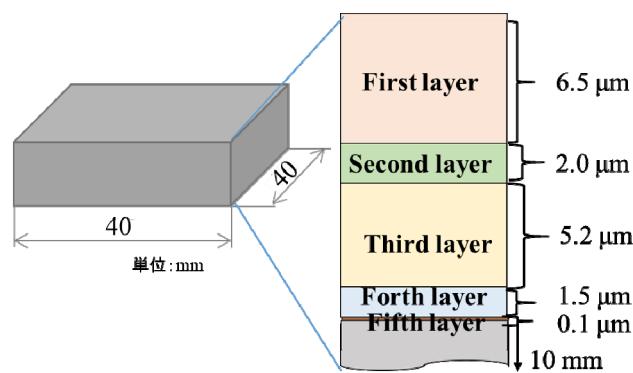


図 1 試験片の概要

2・2 熱劣化試験

本研究で製作した熱劣化試験機の概要を図 2 に示す．ホットスタンピング用金型のように加熱・冷却の熱負荷サイクルが実施できるように，試験片表層に，加熱と空冷を繰り返し負荷できるような仕様とした．加熱はホットプレートによる接触加熱とし，空冷はファンにより間接冷却とした．装置の内部には，上部に接触加熱用のホットプレートと空冷用のファンがそれぞれ取り付けられており，その下を，試験片を載せた試料台が水平方向と垂直方向に動く仕組みとした．これにより，試験片を載せた試料台はホットプレートと空冷ファンのそれぞれの直下を移動できる機構になっている．また，試験機の制御画面から，ホットプレートによる接触加熱時間と，ファンによる空冷時間を設定できるようにした．また，ホットプレートと空冷ファンのそれぞれの直下を移動するサイクル数も設定し，接触加熱とファンによる空冷を行うサイクルを任意の回数にすることができるようにした．

なお，試験片を設置する試料台には，試験片の下部から試験片を冷却させるための水循環水路を設け，試験片は実金型のように試験片の上側（硬質薄膜側）が加熱され，試験片下側（基材側）は冷却される状態にした．

本研究では、接触加熱用のホットプレートの温度を 800 °C（設定上の最高温度）に設定し、熱劣化試験を実施した。なお、ホットプレートの表面温度は k 型熱電対により計測しており、試験片をホットプレートに接触させていない状態では、約 600 °C 付近で安定していた。ホットプレートでの接触加熱時間を 999 s とし、加熱後、試料台を移動させ、冷却ファンでの空冷を 60 s 間とした。また、ホットプレートでの接触加熱と空冷ファンでの空冷の繰り返しサイクルを 100 回にした。なお、サイクル数 100 回では、試験時間が長時間になるため、試験機の安全性を考え、25 回の熱負荷サイクルを 4 度実施することで 100 回の熱負荷サイクルとした。

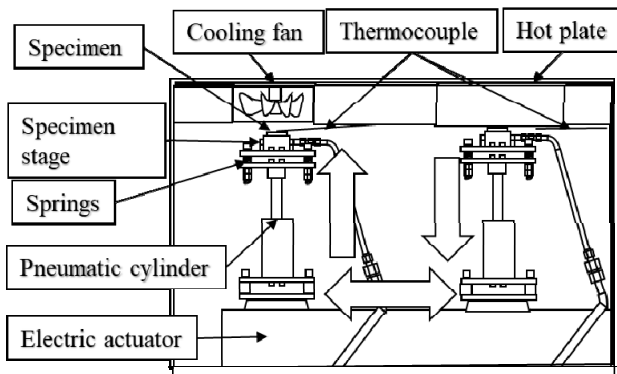


図 2 熱劣化試験機の概要

2・3 膜質評価試験（MSE 試験（投射粒子:BA3））

本試験は、平均粒子径 3 μm の球形アルミナ粒子（BA3）（図 3 参照）と純水を混ぜたスラリーを圧縮空気によって、試験片表面に高速投射して、硬質薄膜をエロージョン摩耗させることで評価する。投射粒子に BA3 を用いることで、脆性材料の密度差や欠陥度合いを評価できる可能性が示唆されており³⁾、本試験では、熱劣化試験による硬質薄膜の膜単体の膜質の変化をみることにした。使用した試験機は、本研究室所有の SBE 試験機（ノズル断面形状 2×2 mm，投射距離 10 mm）である（図 4 参照）。スラリー濃度は 1.5

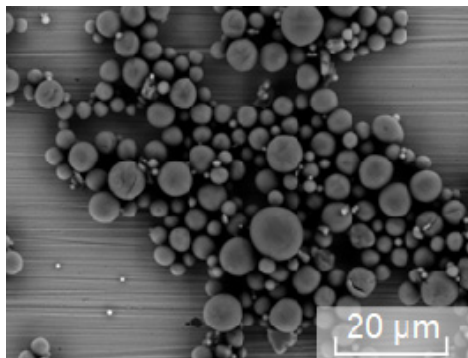


図 3 球形アルミナ粒子 BA3 の SEM 像

mass%，スラリー流量は 200 mL/min，ノズルエア流量は 30 L/min になるように調整後、試験を実施した。

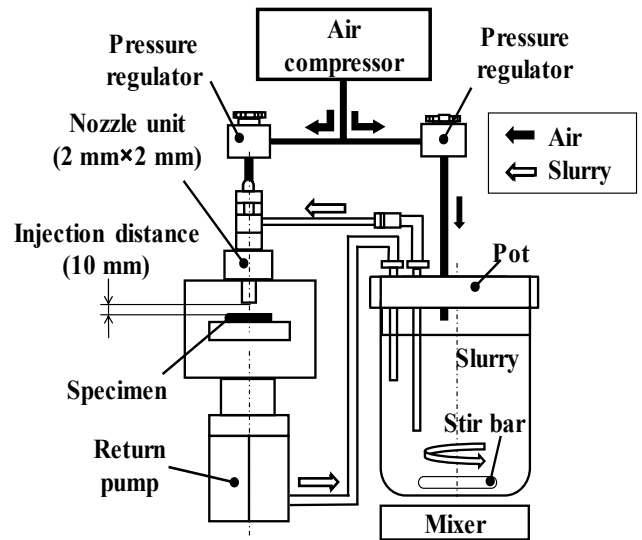


図 4 SBE 試験機の概要

2・4 耐剥離性試験（微粒子エロージョン試験（投射粒子:BA50））

本試験は、平均粒子径が 50 μm の球形アルミナ粒子（BA50）（図 5 参照）と純水を混ぜたスラリーを用いて硬質薄膜をエロージョン摩耗させることで評価する。投射粒子に BA50 を用いることで、積層された硬質薄膜間の界面での剥離状態を評価できる可能性がある。本試験では、試験片の熱劣化試験前後での剥離状態の変化を比較した。使用した試験機は、大粒子も投射できる本研究室独自仕様の大粒子投射型微粒子エロージョン試験機（ノズル断面形状 3×3 mm，投射距離 10 mm）である（図 6 参照）。スラリー濃度は 3 mass%，スラリー流量は 700 mL/min，ノズルエア流量は 40 L/min になるように調整後、試験を行った。

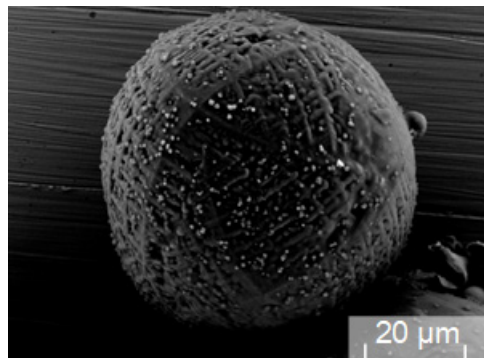


図 5 球形アルミナ粒子 BA50 の SEM 像

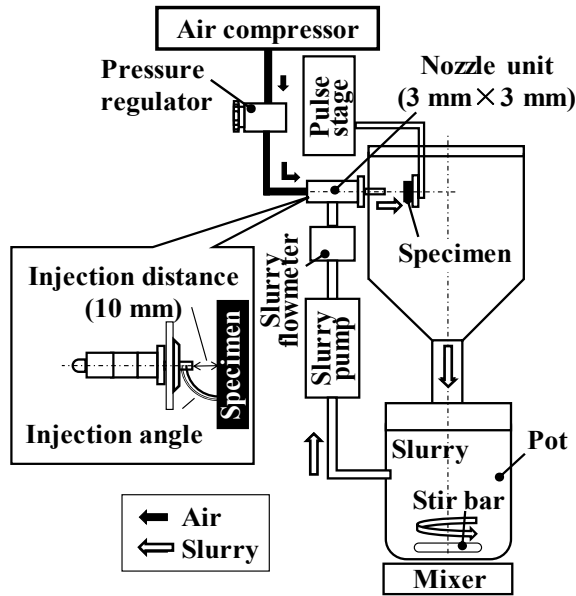


図6 大粒子投射型微粒子エロージョン試験機の概要

3. 実験結果および考察

3・1 熱劣化試験

本試験では、800℃に設定したホットプレートで試験片を接触加熱した。その時のホットプレートの表面温度をk型熱電対で計測すると、試験片接触前は、約600℃で安定しており、試験片を接触加熱する際は、約650~670℃まで上昇していた。

図7に、熱劣化試験前にカロテスト試験を実施した痕をレーザー顕微鏡で観察・計測した結果と、そのカロテスト痕を熱劣化試験後に観察・計測した結果を示す。熱劣化試験後のカロテスト痕のエッジ部(1層目の表層側)は、熱劣化試験前よりも高く盛り上がった。

また、熱劣化試験後の試験片表面の別の箇所にカロテスト試験を実施し、その痕を観察・計測した。その結果を図8に示す。なお、比較のため、熱劣化試験前の別のカロテスト痕の1層目も載せてある。熱劣化試験前の1層目の膜厚が6.5μmに対し、熱劣化後の1層目の膜厚が、約17μmになっていた。また、熱劣化試験後のカロテスト痕を詳細に見ると、厚膜化した1層目内で幾層にも分かれていることがわかった。この層は、接触加熱と空冷の100サイクルを25サイクルずつの4回に分けたことが履歴として残ったものと考えられる。

以上のことから、熱劣化試験によって、1層目が厚くなり、また、熱負荷の停止・開始の繰り返しは、幾層にも分かれた形で現れることがわかった。

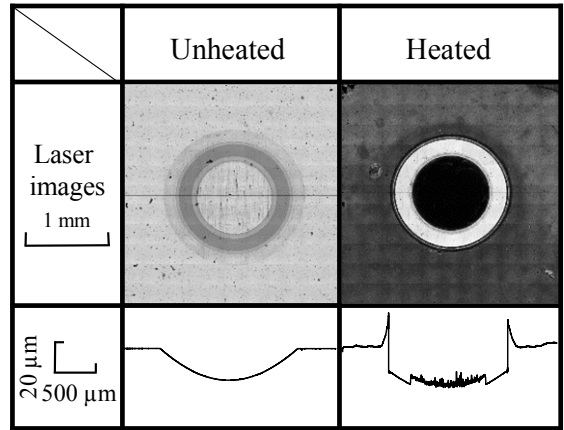
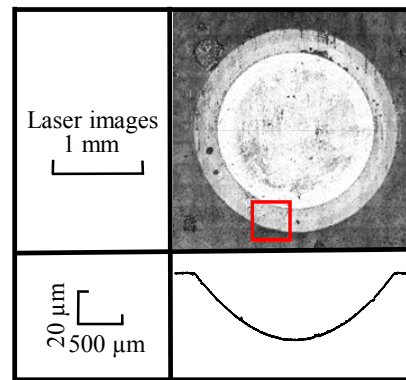
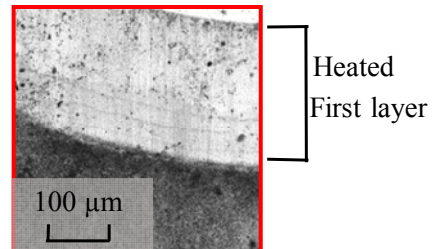


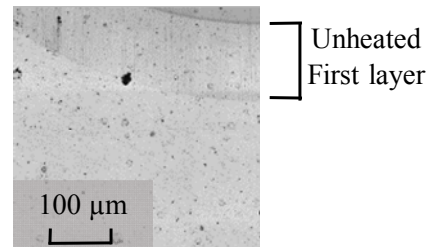
図7 熱劣化試験前後のカロテスト痕の変化



(a) 熱劣化試験後に作製したカロテスト痕



(b) (a)の赤枠の拡大図



(c) 熱劣化試験前に作製したカロテスト痕の拡大図

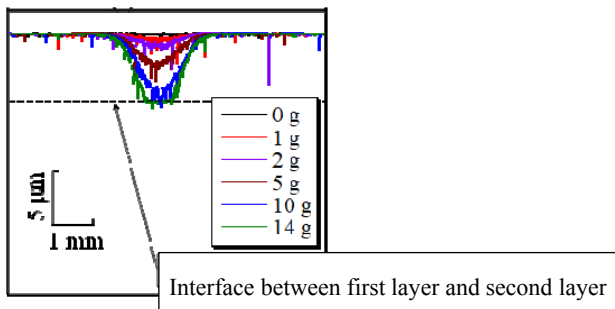
図8 熱劣化試験後の表面に作製したカロテスト痕および熱劣化試験前のカロテスト痕

3・2 膜質評価試験 (MSE 試験 (投射粒子:BA3))

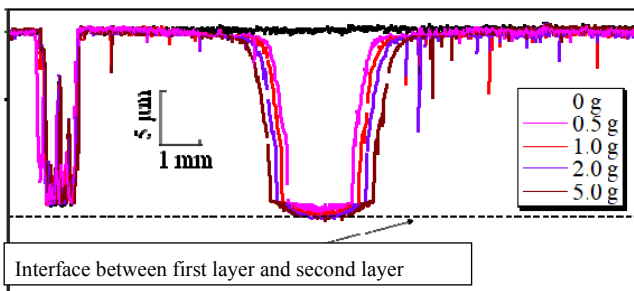
投射粒子量ごとのエロージョン痕の断面曲線を図 9 に、投射粒子量とエロージョン深さの関係を図 10 に示す。断面形状曲線は、触針式二次元粗さ計を用いて計測した。なお、図 9, 10 には、レーザー顕微鏡でカロテスト痕を計測し算出した、1 層目と 2 層目の境界部分の深さを合わせて示す。

熱劣化試験前の試験片は、投射粒子量の増加に伴い、徐々にエロージョンが進行した。一方、熱劣化試験後の試験片は、投射粒子量 0.5 g で 1 層目がなくなり、2 層目部分でエロージョンの進行が抑制された。熱劣化試験前の試験片は 10 g 投射後に 2 層目に到達したが、熱劣化試験後の試験片は 0.5 g 投射後に 2 層目に到達した。

このことから、熱劣化試験によって、1 層目の膜自身が弱くなったか、1 層目と 2 層目との界面の密着性が低下したことが考えられる。なお、今回の熱劣化試験条件では、熱劣化が著しかったため、熱劣化試験後の 1 層目内でのエロージョン進行を詳細にみることはできなかった。



(a) 熱劣化試験前の試験片



(b) 熱劣化試験後の試験片

図 9 投射粒子量ごとのエロージョン痕の断面曲線

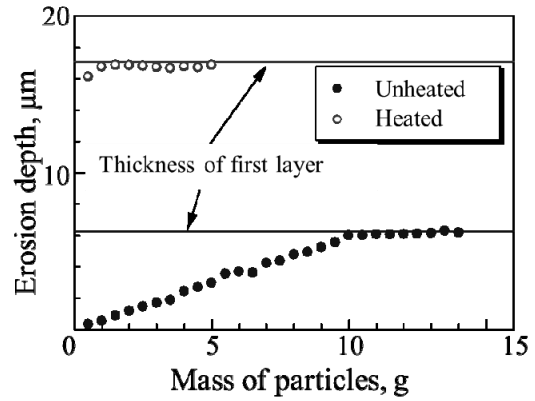


図 10 投射粒子量とエロージョン深さの関係

3・3 耐剥離性試験 (微粒子エロージョン試験 (投射粒子:BA50))

投射粒子量ごとのエロージョン痕のマイクロスコープ画像を図 11 に示す。熱劣化試験前の試験片は、投射痕中央でエロージョンが進行し、投射量 5 g になると一部剥離したと考えられる黒色の点がいくつかみられた。この黒色の点について、レーザー顕微鏡で深さ測定したところ、1 層目と 2 層目との界面付近までエロージョンが進行していることがわかった。一方、熱劣化試験後の試験片のエロージョン痕は、投射量 1 g 後に表層が剥離して、新たな面が露出した。このエロージョン痕 (2 g 投射時) をレーザー顕微鏡で深さ計測すると、剥離している面は、1 層目と 2 層目との界面付近であることがわかった。

以上のことから、熱劣化試験前後ともに、剥離している界面は、1 層目と 2 層目との界面付近であることがわかった。また、熱劣化試験後の試験片の方が、熱劣化試験前の試験片よりも少ない投射粒子量で 1 層目が剥離したことから、熱劣化試験によって、1 層目と 2 層目との界面の密着性の低下、また、1 層目自身の強さが低下したことが考えられる。

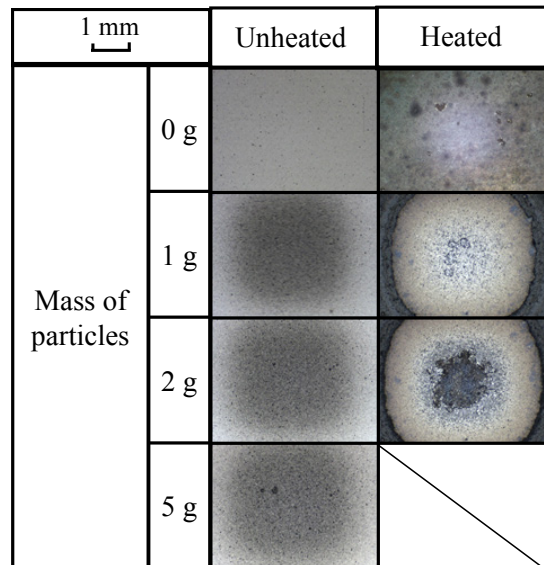


図 11 エロージョン痕のマイクロスコープ画像

4. 結び

本研究では、新しい熱劣化試験装置を構築することによって、硬質薄膜被覆鋼材試験片の硬質薄膜の1層目が厚膜化し、また、幾層にも分かれるなど、硬質薄膜に熱影響を生じさせることができた。

また、その熱劣化させた硬質薄膜被覆鋼材に、MSE 試験および微粒子エロージョン試験を行うことで、硬質薄膜の熱劣化の影響を評価できた。

今後、様々な熱劣化試験条件で、硬質薄膜被覆鋼材の熱劣化を行い、MSE 試験および微粒子エロージョン試験を継続実施していく予定である。

謝 辞

本研究は、公益財団法人天田財団の平成 29 年度一般研

究開発助成 AF-2017016 の支援により実施した研究に基づいていることを付記するとともに、同財団に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 森謙一郎：塑性と加工，53-613 (2012)，98-102.
- 2) 岩井善郎・松原亨：表面技術，68-12 (2017)，702-706.
- 3) 松原亨・岩井善郎：トライボロジスト，62-12 (2017)，773-779.
- 4) 富田直道・宮島敏郎ら：トライボロジー会議 2018 秋 伊勢 予稿集 (2018) B34
- 5) 宮崎裕之・宮島敏郎ら：日本機械学会北陸信越支部 第 56 期総会・講演会 講演論文集(2019) L045