

温間鍛造金型用 PVDコーティングの開発

Development of PVD Coating for Warm Forging Die

井上謙一* Kenichi Inoue
井上 健** Ken Inoue

ガス浸硫窒化と既存PVDコーティングを比較し、温間鍛造金型への適用想定の際の問題点について検討を行った。その結果、既存PVDは、ガス浸硫窒化に比べ潤滑剤付着性が極端に劣り、熱間摺動特性についても、およばないことを確認した。

上記問題点に対して改善技術を検討し、PVD粗化膜の適用により、白色系潤滑剤の付着性はガス浸硫窒化同等まで改善でき、MoS₂層の適用によりガス浸硫窒化を上回る熱間摺動特性を達成した。

Properties of gas sulphonitriding and conventional PVD coating were investigated in order to apply the properties of coatings to warm forging die. We discovered that gas sulphonitriding has better properties for warm forging die than those of conventional PVD coating.

Studies were carried out to improve properties of PVD coating. A PVD roughened layer with micro particles increases the amount of adhered lubricant on a coated surface and MoS₂ layer has a higher friction welding resistance.

① 緒 言

現在、温間鍛造金型の多くは、ガス、塩浴、プラズマなどの手法による、軟窒化、浸硫窒化といった表面処理技術が適用されており、金型の寿命向上に貢献している。しかしながら、昨今では環境への配慮を目的とする潤滑方法の変化や、鍛造加工後の取り代の削減等を目的とする金型の高精度化および鍛造部品のニアネットシェイプ化によって、金型の使用環境が著しく変化しており、これらはいずれも金型の寿命を低下させる要因となっている。例えば、潤滑方法の変化について述べると、温間鍛造においては、従来の黒鉛系潤滑剤から、潤滑性能は低いものの、リサイクル性に優れた白色系潤滑剤への変更や、冷間鍛造については、ボンデ処理の廃止が急速に進められている。また、潤滑方法の変化と同時に鍛造部品のニアネットシェイプ化も進められており、加工形状の複雑化や、金型およびワークの高精度化によって、金型にかかる負荷はますます過酷になってきている。

このような使用環境の変化に対して、金型に適用される表面処理は、従来の窒化技術から、より耐摩耗性、耐熱性の高いコーティング処理を適用する方向に移行しており、その適用率も年々増加している。

適用されるコーティング技術は、CVD（化学蒸着：Chemical Vapor Deposition）ならびにPVD（物理蒸着：Physical Vapor Deposition）が代表的であるが、従来か

ら冷間プレス金型等で使用されてきたCVDは、その処理温度が1000℃以上であるため、コーティング処理後に焼入れ、焼戻しが必要であること、金型の変寸が大きく、その寸法の調整に高度の技能が必要であること、また近年、使用量が増えているプリハードン金型材への適用が不可能であることなどから、金型材の焼戻し温度以下で処理できるPVDの適用率が増えてきている。中でもアーク放電式イオンプレーティング法（Arc Ion Plating）は、皮膜の密着性が優れることから、特に適用率の増加が顕著である。

しかしながら、現在の主用途は、冷間金型への適用がほとんどであり、温間鍛造金型では著しい効果が認められておらず、金型の使用環境にあわせた最適化が必要であると考えられる。

そこで本研究では、金型の使用環境への対応を目的とし、コーティング技術による温間鍛造金型用新表面処理技術の開発を検討することとした。この時、適用するコーティング技術は、先述したようにCVDに対してさまざまな優位点があり、かつ表面改質構造および適用できる皮膜材質の自由度に富むPVD技術を選択した。

はじめにPVDコーティングが、温間鍛造金型にて効果が認められない理由について、ガス浸硫窒化処理と比較調査をすることで、PVDコーティングの問題点の抽出を行った。次に得られた問題点に対し改善技術の開発を行った。

* 日立金属株式会社 安来工場

**日立金属株式会社 安来工場 工学博士

* Yasugi Works, Hitachi Metals, Ltd.

**Yasugi Works, Hitachi Metals, Ltd.

② 各種表面処理の特性比較

安藤等は温間鍛造における白色系潤滑剤の付着量と金型寿命の相関について調査し、潤滑剤が最も付着する条件下で金型寿命も良好となることを報告しており¹⁾、潤滑剤の付着性は、従来から重要視されてきた熱間摺動特性に加え、金型の表面機能として重要な要因であると考えられる。

そこで、はじめにガス浸硫窒化およびガス軟窒化を比較材に用い、一般的なPVDコーティングについて潤滑剤付着性、熱間摺動特性の調査を行った。

2.1 実験方法

本実験では、表面処理母材として一般的な熱間ダイス鋼であるJIS SKD61（硬さ45HRC）を用い、表1に示す供試材にて潤滑剤付着性ならびに熱間摺動特性の評価を実施した。今回用いたPVDコーティング材は、あらかじめ表面に化合物層が形成されない条件下でイオン窒化処理を施し、#1000のエメリー紙で最表面の酸化層を研磨除去後、アークイオンプレATING装置にて各種皮膜を4～5μmの膜厚に設定し成膜した。この時の成膜条件を表2に示す。

熱間摺動特性の評価には、切削工具に広く適用されているTiN、TiAlNや、金型、摺動部材等への適用が主体のCrN、また、TiSiNやTiVNといった皮膜を用いた。

表1 供試材

Table 1 Specimen.

Investigation	Surface treatment	Condition
Adhesive property of lubricant	Non-Treatment	—
	Carbonitriding	45%NH ₃ +CO ₂ 540°C, 15h
	Sulphonitriding	50%NH ₃ +H ₂ S 540°C, 20h
	CrN	PVD coating after Ion Nitriding (0.3%N ₂ 550°C, 10h)
Hot forging tribo simulation	Carbonitriding	45%NH ₃ +CO ₂ 540°C, 15h
	Sulphonitriding	50%NH ₃ +H ₂ S 540°C, 20h
	TiN	PVD coating after Ion Nitriding (0.3%N ₂ 550°C, 10h)
	(Ti _{0.50} Al _{0.50}) N	
	CrN	
	(Ti _{0.75} Si _{0.25}) N	
	(Ti _{0.50} V _{0.50}) N	

表2 PVDコーティング条件

Table 2 PVD coating condition.

Ar Etching condition				Coating condition		
Bias (V)	Time (ks)	Temp. (°C)	P _{Ar} (Pa)	Bias (V)	Temp. (°C)	P _{N₂} (Pa)
-300	1.8	500	2.0	-40	500	3.0

図1に潤滑剤付着性評価方法の略図を示す。

あらかじめ表面処理を施したサイズ25mm×25mm×8mmの試験片を、100～350°Cの任意の温度で加熱し、濃度10%に調整した白色系潤滑剤（大同化学工業製ホットアクアルブ）水溶液を、距離470mm、噴霧量2.0ml/s

で2秒間噴霧し、その際の試験面（25mm×25mm）に付着した潤滑剤の重量にて評価を行った。

図2は熱間摺動特性評価方法の略図を示したものである。本試験は、ボール盤チャック部に取り付け長さ30mm、試験面直径5mmの円柱状試験片を、1540rpmで回転させながら、相手材である600°Cに加熱したJIS SNCM439製ブロックに、所定の面圧で最長40秒間押し付け、試験面が摺動発熱によって座屈し、相手材に焼付いた際の面圧および時間にて評価するものである。

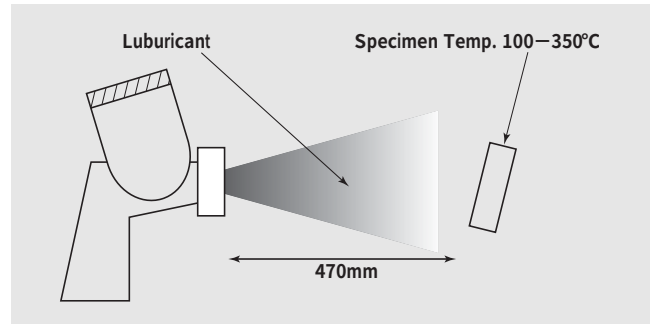


図1 潤滑剤付着性評価の略図

Fig. 1 Schematic illustration of investigation for adhesive property of lubricant.

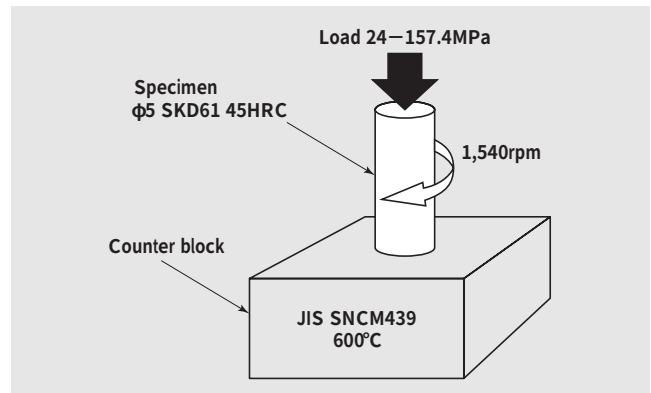


図2 熱間摺動試験の略図

Fig. 2 Schematic illustration of hot forging tribo simulation by friction welding.

2.2 結果および考察

2.2.1 潤滑剤付着性評価結果

図3に各種表面処理材の潤滑剤付着性評価結果を示す。白色系高分子潤滑剤は、ある任意の温度域にて、潤滑剤が付着しやすくなることが特徴である。本試験条件では、潤滑剤が最も付着しやすくなる温度域は、150～200°Cであった。各表面処理材の潤滑剤付着性を比較すると、ガス浸硫窒化を施した供試材は、潤滑剤の付着しやすくなる温度域において無処理材との大きな差は認められないが、潤滑剤が付着し難くなる温度域、つまり低温側の100°C付近と、高温側の250～350°Cにおいては、明らかに潤滑剤付着性が優れている。この傾向は、ガス軟窒化材においても同様であることから窒化系表面処理の特長でもと考えられる。

一方、PVDにてCrNを施した供試材は、付着量が極端に低下する低温側、高温側の温度域だけでなく、潤滑剤

が最も付着しやすくなる温度域においても、その付着量は、窒化材より劣るだけでなく、無処理材にもおおよそ、本供試材の中で最も潤滑剤付着性に劣る結果となった。

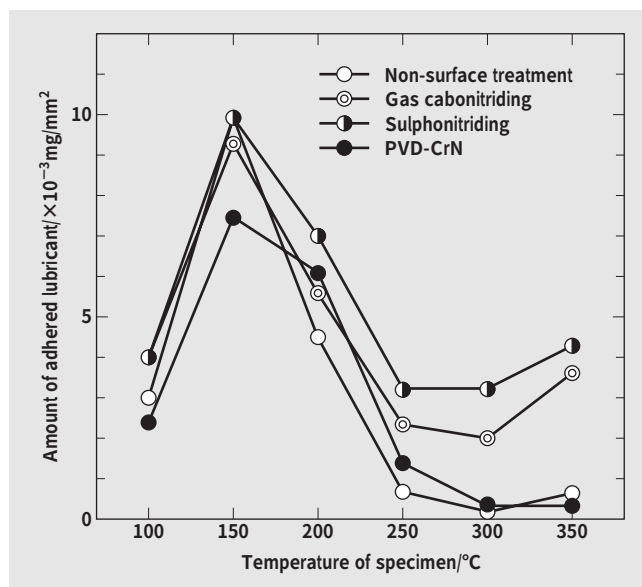


図3 潤滑剤付着性評価結果

Fig. 3 Results of investigation of adhesive property of lubricant.

以上の結果より、PVDコーティングのCrNは、ガス軟窒化やガス浸硫窒化といった窒化系表面処理に比べ、潤滑剤の付着性が全般的に劣ることが認められた。特に潤滑剤の付着しやすくなる温度域を外れると、極端にその付着性が低下する結果であった。

温間鍛造において金型の表面温度は、使用中必ずしも均一ではなく、形状によって被加工材との接触時間、摩擦速度が異なり、昇温しにくい位置や、昇温しやすい位置が発生している。そのため、CrNのように、潤滑剤が安定して付着する温度域を外れると、極端に付着量が低下するような表面処理は、温間鍛造金型には適していないものと推察できる。

2.2.2 熱間摺動特性評価結果

次に温熱間鍛造用表面処理として重要な特性の一つである熱間摺動特性について評価を行った。図4に各種表面処理の熱間摺動特性評価結果を示す。

PVDコーティング材は、皮膜の組成が異なっても、ほぼ同等の値を示し、その焼付き限界面圧は、96.8MPaである。この結果は、ガス軟窒化の36.1MPaに比べ、2.6倍以上の耐焼付き性であるが、ガス浸硫窒化材の焼付き限界面圧127.1MPaにはおおよばない。

PVD-CrN材およびガス浸硫窒化材について、図5、6に試験前後の断面硬さ分布曲線を示す。

図5に示すようにPVD-CrN材は、ガス浸硫窒化材に比べ試験荷重が低いにもかかわらず、再焼入れによって生じた硬化層は深く、PVD-CrN層には摺動発熱を抑制する効果がほとんどないことがわかる。一方、ガス浸硫窒化材においては、CrNで認められたような深い再焼入れ層はなく、摺動発熱が比較的抑制されていることがわかる。

以上の結果より、PVDコーティング材の熱間摺動特性

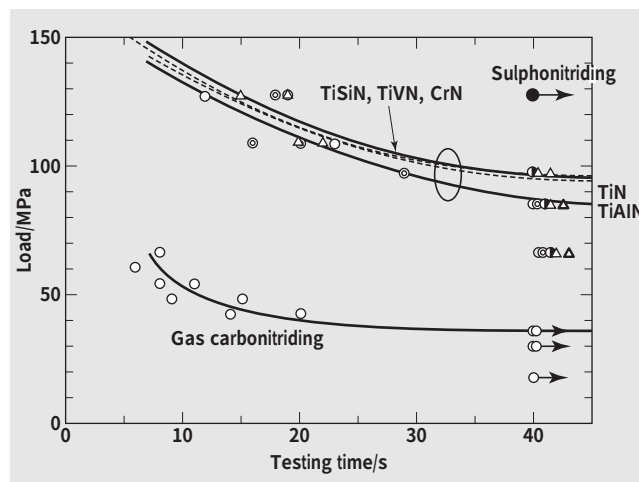


図4 熱間摺動特性評価結果

Fig. 4 Results of hot forging tribo simulation by friction welding.

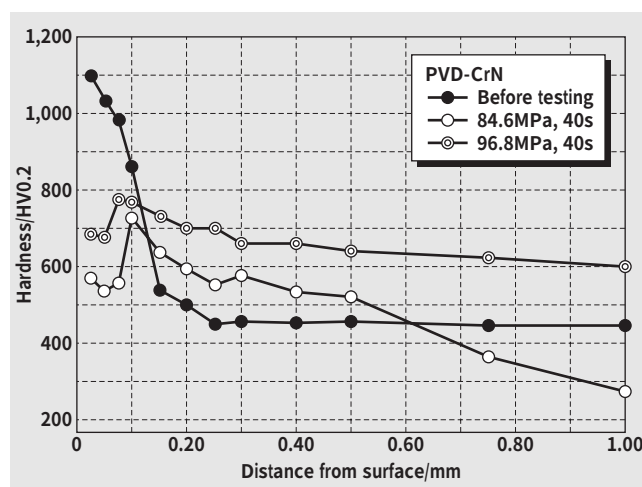


図5 試験前後のPVD-CrN断面硬さ分布曲線

Fig. 5 Hardness profiles of PVD-CrN before and after testing.

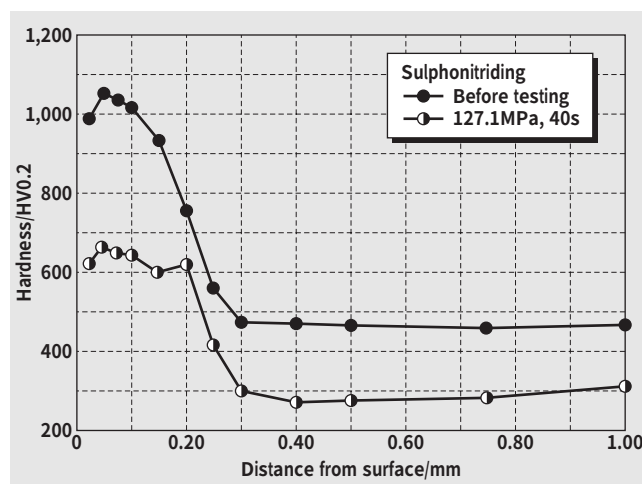


図6 試験前後のガス浸硫窒化材断面硬さ分布曲線

Fig. 6 Hardness profiles of sulphuritriding surface before and after testing.

は、ガス浸硫窒化に対しては優れているものの、ガス浸硫窒化に比べると劣っていることが認められた。これは組織観察の結果から、CrN等のPVDコーティング材には、摺動発熱を抑制する機能がないためと考えられる。

③ 温間鍛造用PVDコーティングの開発

3.1 潤滑剤付着性の改善

3.1.1 潤滑剤付着形態

図7に、ガス浸硫窒化材およびPVD-CrN材の潤滑剤付着形態を示す。いずれも潤滑剤付着温度は100℃のものである。比較的潤滑剤の付着性に優れているガス浸硫窒化と、付着性に劣るPVD-CrNを比較すると、ガス浸硫窒化材の方が潤滑剤の結晶が微細かつ多いことがわかる。潤滑剤の付着量は、被塗布面の表面形態と何らかの関係があり、図8に示すように表面が平滑であるものほど、潤滑剤の付着性が低下する結果が認められている。

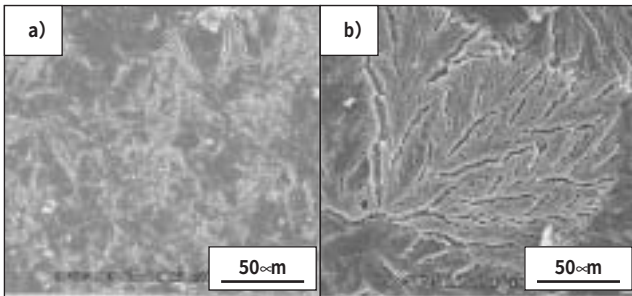


図7 潤滑剤付着状態 a) ガス浸硫窒化, b) PVD-CrN
Fig. 7 SEM images of adhered lubricant on die surface, a) sulphonitrided surface, b) PVD-CrN coated surface.

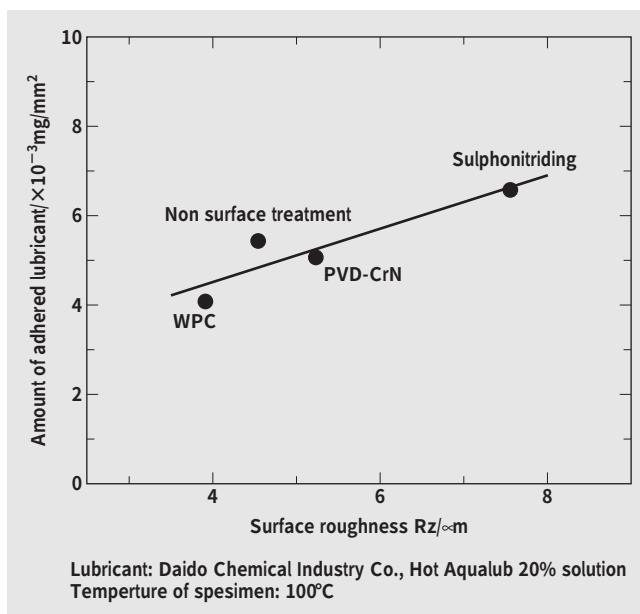


図8 面粗さと潤滑剤付着量の関係
Fig. 8 Relationship between surface roughness of specimens and amount of adhered lubricant.

図9はガス浸硫窒化およびPVD-CrNの表面形態を示したものであるが、潤滑剤付着性に優れていたガス浸硫窒化材は、表面形態がきわめて複雑で凹凸が多いのに対し

て、付着性に劣ったPVD-CrN材は、所々ドロップレットと呼ばれるアーク放電式イオンプレーティング法の欠点といわれているマイクロパーティクルが認められるだけで、ガス浸硫窒化に比べ平滑な表面を呈している。このことから、白色系潤滑剤は凝固の際、被塗布面の凹凸を核にして結晶化し、表面の粗いものほど結晶の数も多くなり、また、剥離し難くなることで、その付着量も増加するものと考えられる。

上記の結果より、PVDコーティングの潤滑剤付着性向上という課題に対しては、アーク放電式イオンプレーティング法の欠点とされてきたドロップレットを積極的に活用し、あえてドロップレットの多くなる成膜条件にて皮膜を作成し、その皮膜について潤滑剤付着性の評価を行った。

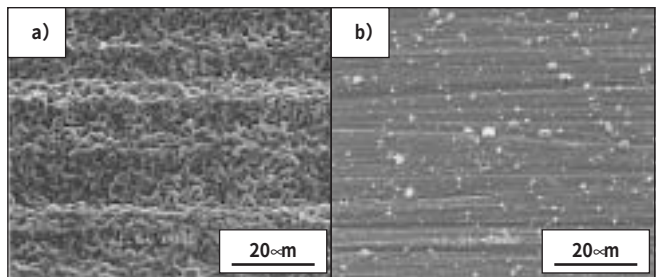


図9 各表面処理材の表面状態
a) ガス浸硫窒化, b) PVD-CrN
Fig. 9 SEM images of coated surface, a) sulphonitrided surface, b) PVD-CrN coated surface.

3.1.2 PVD粗化膜の潤滑剤付着性

図10にPVD粗化膜の表面状態を示す。粗化膜の表面は多数のドロップレット（粒径：約0.5μm）に覆われており、狙いとしていた表面形態が得られている。また、粗化膜の表面粗さもRz：8.3μmであり、図8で示したガス浸硫窒化と同等のレベルである。

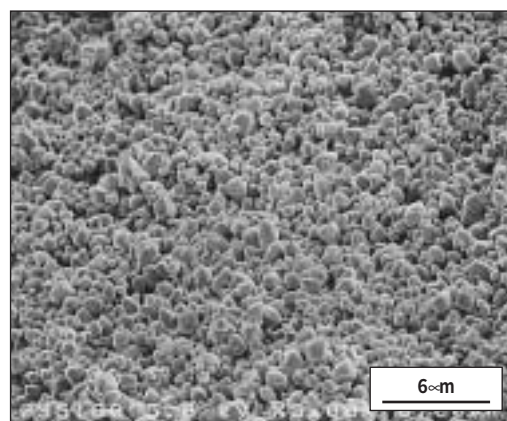


図10 PVD粗化膜の表面状態 (Rz: 8.3μm)
Fig. 10 SEM image of roughened layer (Rz: 8.3μm).

図11はPVD粗化膜の潤滑剤付着性評価結果を示したものであるが、期待通りに潤滑剤の付着性は、PVD-CrNに比べ大幅に向上しており、すべての温度域においてガス浸硫窒化同等であることが確認できる。

一般的なPVDコーティングでは、白色系潤滑剤が付着し難かったが、PVD粗化膜を表面処理層の最表面に適用することで、ガス浸硫窒化同等の潤滑剤付着性が確保できることが確認できた。

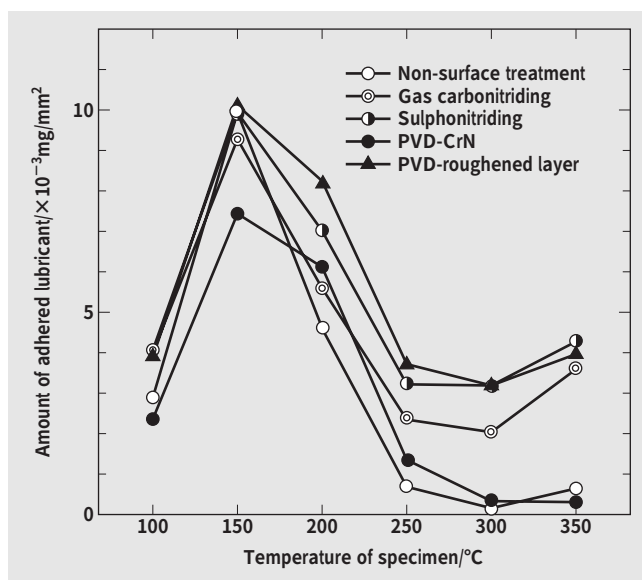


図11 PVD粗化膜の潤滑剤付着性

Fig. 11 Results of investigation for adhesive property of lubricant.

3. 2 MoS₂皮膜による熱間摺動特性の改善

本検討で用いたPVDコーティング材は、あらかじめ表面に化合物層が形成されない条件でイオン窒化処理を施し、#1000のエメリー紙で最表面の酸化層を研磨除去後、アークイオンプレーティング装置にてCrNを5μmの膜厚に設定し成膜を行った。この時、適用した成膜条件は、表2と同じものである。MoS₂皮膜は、アンバランスドマグネトロンスパッタ装置を使用し、上記CrNの上に約2μmのMoS₂皮膜を成膜した。なお、比較用に用意したガス浸硫窒化材、ガス軟窒化材の処理条件は、表1に示した内容と同じである。

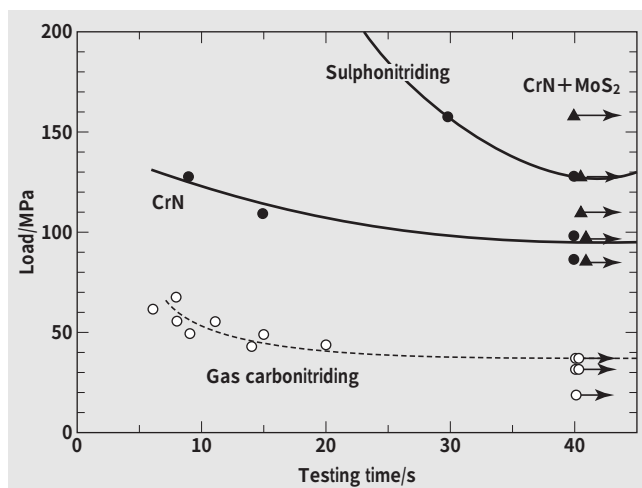


図12 熱間摺動特性評価結果

Fig. 12 Results of hot forging tribo simulation by friction welding.

図12にMoS₂適用材の熱間摺動試験結果を比較材の結果とともに示す。MoS₂適用材は、ガス浸硫窒化材で焼付きが発生する面圧157.4MPaにおいても焼付きの発生が認められないことから、ガス浸硫窒化以上の熱間摺動特性を有していることが確認できた。

図13に試験後のガス浸硫窒化材（面圧127.1MPa）ならびにMoS₂適用材（157.4MPa）の断面マイクロ組織を、図14にMoS₂適用材の試験前後における断面硬さ分布曲線を示す。ガス浸硫窒化材は表面近傍の表面処理構造が、昇温によって完全に分解しており、再焼入れ層も確認することができる。一方、MoS₂適用材では、試験面圧が高いにもかかわらず、CrN層は残存しており、最焼入れ

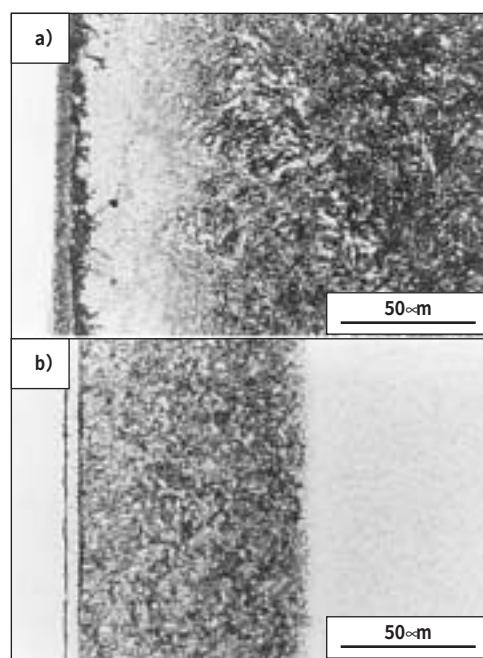


図13 熱間摺動試験後の断面マイクロ組織

a)ガス浸硫窒化, b) MoS₂/CrN

Fig. 13 Optical microstructure after hot forging tribo simulation by friction welding.

a) sulphonitrided surface (tested load: 127.1MPa)

b) MoS₂/CrN coated surface (tested load: 157.4MPa)

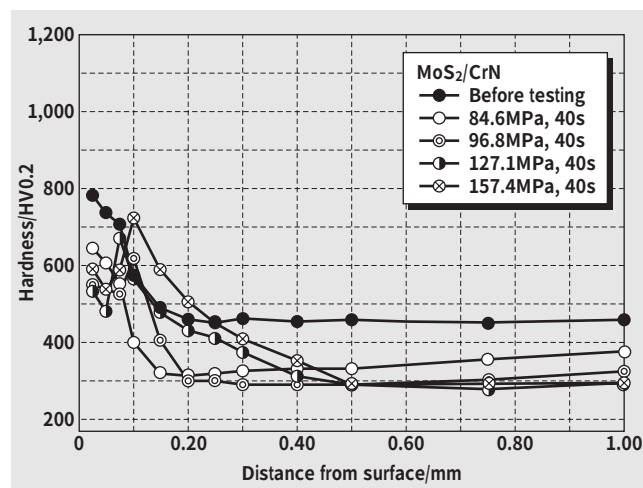


図14 試験前後のMoS₂/CrN断面硬さ分布曲線

Fig. 14 Hardness profiles of MoS₂/CrN before and after testing.

層も認められないことから、 MoS_2 の適用によって摺動発熱が十分に抑制されたことが確認できる。

3.3 温間鍛造金型用PVDコーティング

以上の結果より、PVD粗化膜を適用することでガス浸硫窒化同等の潤滑剤付着性が、 MoS_2 皮膜を適用することでガス浸硫窒化以上の熱間摺動特性が達成できることが確認できた。

図15は上記皮膜を適用した温間鍛造金型用PVDコーティングの模式図であるが、本表面処理の層構造は、母材となる金型材料表面には窒化による高強度化を施し、硬質皮膜との硬さの差を緩和させることで、皮膜の密着性を確保するとともに、PVDコーティングが滅失した後の耐摩耗性を付与する。そして、窒化された母材表面直上には、耐摩耗性を担う硬質層が位置し、その上には熱間摺動特性の向上を担う MoS_2 層が存在し、さらに最外層には潤滑剤の付着性を向上させるPVD粗化膜が被覆された構造である。

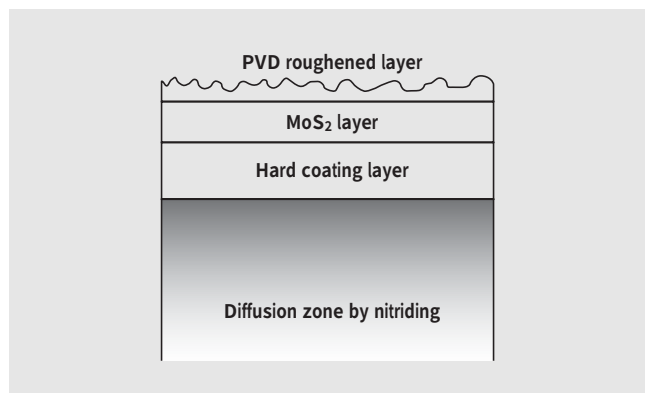


図15 温間鍛造金型用PVDコーティングの模式図

Fig. 15 Schematic illustration of new PVD coatings for warm forging die.

4 結 言

温間鍛造金型へのPVDコーティング適用における問題点を、ガス浸硫窒化処理と比較調査した結果、以下の結論を得た。

(1) 一般的なPVDコーティングは、潤滑剤付着性が極端に劣り、熱間摺動特性についてもガス浸硫窒化には性能的におよばなかった。

(2) 上記PVDコーティングの弱点について、改善技術の検討を行った結果、PVD粗化膜を適用することで、ガス浸硫窒化同等の潤滑剤付着性が得られ、 MoS_2 皮膜の適用により、ガス浸硫窒化を上回る熱間摺動特性が得られた。

本PVDコーティングは、量産技術の確立が完了し、現在、鍛造メーカーにて実証評価を進めている。その結果、ガス浸硫窒化や従来のPVDコーティングに対し、金型寿命が2～4倍に向上することが確認できた。ただし、使用条件などによっては、必ずしも寿命が向上するわけではないことから、今後は温間鍛造金型の加工形状、使用条件などの因子を明らかにし、その最適用途について検討を進めたい。

参考文献

- 1) 安藤光浩，八木勝春：塑性加工春季講演大会講演論文集（1999），p.259



井上 謙一

Kenichi Inoue

日立金属株式会社 安来工場



井上 健

Ken Inoue

日立金属株式会社 安来工場