

# ドライプレス加工を目的とした DLC 膜の工具への密着性向上

片岡 征二\*

Improvements in Adhesion of DLC Thin Film on the Tool for Dry Deep-Drawing Process

Seiji KATAOKA\*

Huge amount of wasted lubricants have become a great nuisance of environmental issues. Dry deep-drawing process is attractive toward zero emission of lubricants but it has a great difficulty in application to metal sheet forming in general. As one of the most promising methods, use of the die coated diamond-like carbon thin film (DLC) is high-lighted because of their excellent tribological properties. However, there is a fatal problem of exfoliating from the tool surface in DLC under the high-pressure conditions. Influence of materials, surface asperity of substrates and interface layers on improvements in adhesion were studied with use of a ball-on-disk type tribometer. The results show that the surface roughness of substrate becomes larger, the adhesion of DLC becomes stronger. From the results of the field test, the use of a die coating DLC has been found to eliminate the need for any lubricant to prevent adhesion of aluminum to the die material. In addition, the rougher surface die, 2.98  $\mu\text{mRz}$ , prolong the die life up to 10,000 deep drawing operations.

## 1. はじめに

ものづくりの分野においても、地球環境保護への対応が重要な課題となっている。プレス加工で使用される潤滑油は、たった 1 回の使用後に洗浄、廃棄という経緯をたどり、最終的にはそのほとんどが洗浄剤ともども焼却される。地球環境負荷は大きなものがあるといえよう。このような状況において、潤滑油を極力使用しないセミドライプレス加工、あるいは潤滑油を全く使用しないドライプレス加工への期待が大きくなりつつある<sup>1),2)</sup>。

さて、ドライプレス加工実現を可能とする一つの方法として、ダイヤモンドライクカーボン膜 (DLC 膜) の工具への適用が考えられる。DLC 膜は潤滑油を使用しない条件でも摩擦係数が 0.1~0.15 程度の小さな値となるとともに、実験室的なレベルではあるが、アルミニウム板の絞り加工において、ドライ加工実現の可能性が示唆されている<sup>3)</sup>。しかし、DLC 膜は高面圧の条件下では基材表面から剥離してしまうという致命的とも言える問題があり、これが解決されない限りプレス加工用の工具としての実用化は難しいと言わざるを得ない。

本研究は、DLC 膜をコーティングした工具によるドラ

イプレス加工の実現とその実用化を最終的な目標とするが、まず実験として、DLC 膜の密着性についての基礎的な検討を行う。具体的には、密着性に重大な影響を及ぼすと考えられる基材材質、および基材の表面粗さについて検討を加える。ついで、基材と DLC 膜の密着性向上のためにこれまでも提唱されている各種の中間層<sup>4)</sup>の中から、プレス加工用工具への適用が可能と思われる幾つかを選んで検討を加える。

つぎの実験 II では、実験 I で得られた結果を参考に、密着性が最も優れていた基材材質、中間層、および基材表面粗度の条件を選び、その条件で実際の絞り金型に DLC 膜をコーティングし、潤滑油を全く使わない無潤滑絞り加工の可能性を探る。

## 2. 実験方法及び実験条件

### 2.1 実験 I : 基礎摩擦試験

#### (1) 密着性の評価法

基材と DLC 膜との密着性評価、およびその摩擦挙動を詳細に調査するために、ボールオンディスク型基礎摩擦試験機を用いた実験を行った。本機は、三つのボールとディスクとの摩擦面に最高 1,000 N の垂直荷重を負荷することができる。実験では、焼きの入った 1/4 インチ SUJ ボールを使用するが、この時のボール 1 個あたりの

\* 機械デザイン工学科 教授  
平成 19 年 10 月 9 日受付

ヘルツ応力を換算すると約  $6,500 \text{ N/mm}^2$  に達する。この値は塑性加工における強加工での面圧を遙かに超えるものであり、 $1,000 \text{ N}$  まで剥離しなければ、実際の加工においても十分な密着性が得られると推測される。

実験では、摩擦試験機の垂直荷重を  $100, 200, 400, 600, 800, 1,000 \text{ N}$  の6段階に変化させ、最終的に DLC 膜の剥離したときの荷重によって密着性を評価した。この場合、垂直荷重は最も小さい  $100 \text{ N}$  から摺動実験を始め、10 ごとに順次垂直荷重を増加させた。剥離の発生は摩擦係数の急激な上昇によって感知可能であるが、最終的には摩擦後のディスク表面を顕微鏡観察によって確認した。なお、膜の剥離が発生する最終的な垂直荷重までは同一のボールを使用するので、 $1,000 \text{ N}$  まで摺動した場合にはボールの摩耗が生じ、実質的な面圧の低下をきたすことになる。そこで、 $1,000 \text{ N}$  まで剥離を発生しないものについては、この段階で新しいボールに交換し、再び  $1,000 \text{ N}$  の垂直荷重を付加し、連続 30 分間摺動した。30 分間でも剥離が発生しないものについては再びボールを新しいものに交換し、同様に 30 分ずつ合計 2 時間の摺動実験を行った。

摩擦速度は何れの場合も  $31.4 \text{ mm/s}$  とし、大気中で無潤滑の条件で摺動実験を行った。なお、ディスクとボールの表面は実験する前にアセトンにより十分脱脂し、乾燥させてから実験に供した。

## (2) 基材材質及び表面仕上げ

基材材質としては超硬合金 K20 (JIS B 4104) を主とし、比較材としてダイス鋼 SKD11a, SKD11b, 粉末ハイス SKHa, SKHb およびセラミックス  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ , SiC,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  を用いた。ここで、SKD11a は炭化物の偏在したいわゆる一般的なダイス鋼で、SKD11b はその炭化物を均一分散させたものである。また、SKHa は Co を含まない粉末ハイスで、SKHb は Co を 8% 含有する。

DLC 膜をコーティングする場合、基材表面仕上げ処理は、これまでラッピングによる鏡面仕上げが最良とされ、それが半ば常識となっており、系統的に基材表面粗さの影響について調査した文献は他には見当たらない。しかし、DLC 膜のコーティングにおいては、基材材質の影響とともに、その表面粗さが密着性に大きな影響を及ぼすことは十分予測できることである。この場合、同じ表面粗さでも研削面とサンドブラスト面では異なった密着性を示すことも予想される。そこで、本実験においては、ラッピング、研削、サンドブラスト仕上げによって表面粗さを種々変化させた実験を行った。なお、サンドブラ

Table 1. Coating condition of Ar ion bombard and DLC.

	Ion bombard	DLC
Reaction gas	Ar	$\text{C}_6\text{H}_6$
Gas pressure	$3.5 \times 10^{-1} \text{ Pa}$	$4.5 \times 10^{-2} \text{ Pa}$
Plate volt	$-500 \text{ V}$	$-2000 \text{ V}$
Processing time	40 min.	220 min.
Plate temperature	160°C	

ストについては、基材との密着性を向上させる効果があると思われる SiC を研磨材として処理を行った。

## (3) DLC 膜コーティング条件

DLC 膜をコーティングする場合、基材へダイレクトコーティングするものと、基材表面に中間層を成膜後に DLC 膜をコーティングする 2 条件とした。DLC 膜のダイレクトコーティングの場合の条件を Table 1 に示す。また、中間層は、SiC, SiCH, SiCOH, Cr, Ti, Al について検討したが、イオンプレーティング装置内で、各中間層成膜用のターゲット材に、Ar (アルゴン) で RF (高周波) スパッタリングして中間層を成膜し、そのまま引き続いてイオン化蒸着法により、 $\text{C}_6\text{H}_6$  を用いて DLC 膜を連続的にコーティングした。この場合の基材としては、すべてラッピング仕上げした超硬合金を用いた。なお、いずれの場合も同一の成膜条件で 2 個ずつ試料を作成し、膜の厚さはいずれも約  $1 \mu\text{m}$  とした。

## 2.2 実験 II : 無潤滑絞り加工

無潤滑絞り加工を行うためには、プレス機械にも極力作動油等の潤滑油を使わないことが望ましい。本研究では、このような意図から、サーボモーター駆動方式の絞り試験装置を実験に供した。加工速度は  $267 \text{ mm/s}$ 、金型は抜き絞り方式とし、金型条件はダイス内径  $26.8 \text{ mm}$ 、ダイス肩半径  $3 \text{ mm}$ 、パンチ直径  $25 \text{ mm}$ 、パンチ肩半径  $4 \text{ mm}$  とし、絞り比は 1.85 とした。金型材質は超硬合金 K20 を用いた。金型への DLC 膜のコーティング方法は、実験の結果から、最も密着性の高い条件を選んでコーティングした。被加工材は純アルミニウム板 A1100P-O、板厚  $0.6 \text{ mm}$  のものを使用した。

## ドライプレス加工を目的とした DLC 膜の工具への密着性向上 (片岡征二)

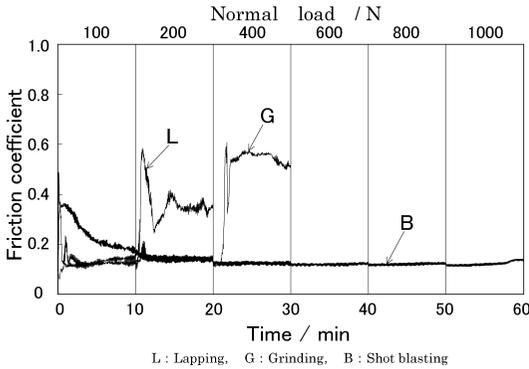
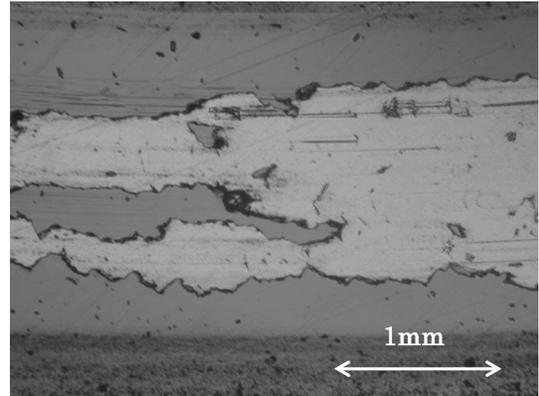
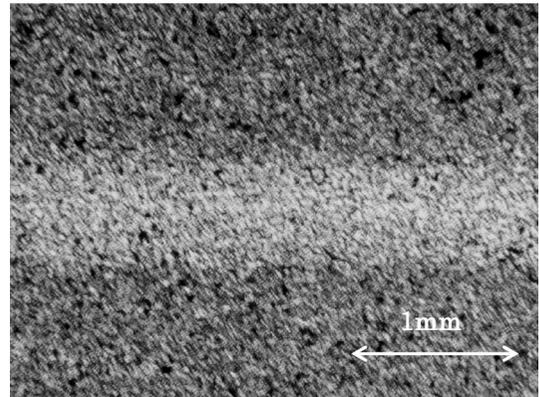


Fig. 1. Change of friction coefficient concerning with time and normal load  
Disk material: cemented carbide



(a) Lapping surface,  $0.04 \mu\text{mRz}$



(b) Shot blasting surface,  $2.3 \mu\text{mRz}$

Fig. 2. Micrographs of frictional surface  
Disk material: cemented carbide

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 基材材質及び基材表面粗さの影響

##### (1) 超合金基材における表面粗さの影響

超合金を基材とし、その表面を鏡面から種々の粗さに変化させ、さらに DLC 膜をダイレクトコーティングした試料を用いて密着性を評価した結果の一例を Fig. 1 に示す。

図にはラッピング面 (L)、研削面 (G)、サンドブラスト面 (B) の結果を併記してあるが、まず、ラッピング面では 200N の垂直荷重ですでに剥離が発生したことが分かる。剥離が発生したときのディスク表面の顕微鏡写真を Fig. 2 (a) に示す。DLC 膜は少しずつ摩耗しながら剥離していくのではなく、急激に破壊をとめないながら剥離する状況が伺える。

表面粗さ  $0.5 \mu\text{mRz}$  の研削面においては、ラッピング面比べて密着性が向上するのが確認できる。さらに、表面粗さ  $2.3 \mu\text{mRz}$  のサンドブラスト面の場合には、1,000N の垂直荷重でも剥離は発生しない。また、摩擦係数も垂直荷重 1,000N に至るまで安定した  $0.1 \sim 0.2$  程度の小さな値を示す。いずれのものも、摺動開始の段階で摩擦係数に第一のピークが生じるが、これは一般的な摩擦試験におけるのと同様に、ディスク表面とボール表面とのなじみ期間における摩擦係数の上昇と考えられる。表面粗さ  $2.3 \mu\text{mRz}$  のサンドブラスト試験片における摩擦後の表面状態を Fig. 2 (b) に示す。サンドブラストによって形成されたディスク表面の凹凸の凸部が若干平坦化されている

ように見えるが、DLC 膜はこの変形にも十分追従していることが伺える。基材表面粗さの影響について検討した結果を Table 2 にまとめて示す。

1,000N でも剥離の発生しなかったものについて、新しいボールに交換して、再度 30 分間ずつの摺動実験を行った。その結果をまとめたものを Table 3 に示す。研削面で表面粗さ  $3.0 \mu\text{mRz}$ 、およびサンドブラスト面で表面粗さ  $1.0 \mu\text{mRz}$  の場合、摺動開始と同時に DLC 膜の剥離が発生した。ボールが摩耗していないために、接触面圧が高くなり剥離したものと考えられる。サンドブラストの表面粗さ  $2.3 \mu\text{mRy}$  のものについては、1 時間まで剥離が発生せず、 $4.4 \mu\text{mRy}$  のものについては合計 2 時間の摺動

## 湘南工科大学紀要 第42巻 第1号

Table 2. Result of exfoliation-proof property examination for various surface asperity disk.

Disk material : cemented carbide.

L : Lapping , G : Grinding , B : Shot blasting

Method	Surface roughness / $\mu\text{mRz}$	Normal load/N					
		100	200	400	600	800	1000
L	0.04	○×	××				
G	0.5	○○	○○	○×	××		
	3.0	○○	○○	○○	○○	○○	○○
B	1.0	○○	○○	○○	○○	○○	○○
	2.3	○○	○○	○○	○○	○○	○○
	4.4	○○	○○	○○	○○	○○	○○

×: Exfoliation ○: No exfoliation

Table 3. Result of exfoliation-proof property examination for no exfoliation disk. at 1,000 N

Disk material : cemented carbide

Method	Surface roughness / $\mu\text{mRz}$	Time/min			
		30	60	90	120
G	3.0	××			
B	1.0	××			
	2.3	○×	○×	××	
	4.4	○○	○○	○○	○○

実験においても剥離は発生しなかった。

以上のように、超硬合金を基材としてDLC膜をダイレクトコーティングした場合には、基材の表面粗さは粗い方が密着性は向上すること、また、研削仕上げ面よりサンドブラスト面の方が密着性が向上するのが確認できた。この原因は、つぎのように考えられる。すなわち、DLC膜と基材との接着は主としてファンデルワールス力とされるが、表面粗さが粗いほど摩擦界面における単位面積あたりの実質的な接着面積が大きくなり、結果的に単位面積におけるファンデルワールス力による接着力が大きくなったためと考えられる。また、DLC膜の基材表面へ

のアンカー効果ということも一因として考えられよう。一方、サンドブラストと研削面の相違は、その粗さの等方性といった要素も考えられるであろう。いずれにせよ、これまでのDLCの密着性に関する研究においては、鏡面仕上げが望ましいとされてきたことを考えると、大変重要な知見が得られたと言える。

## (2) ダイス鋼、粉末ハイスにおける表面粗さの影響

ダイス鋼、および粉末ハイスにDLC膜をダイレクトコーティングした試料を用いて、基礎摩擦試験機による摩擦試験を行った結果をまとめてTable 4に示す。

ダイス鋼、あるいは粉末ハイス基材においても超硬合金の場合と同様にラッピング面では密着性は著しく劣る。また、研削面でも密着性は劣ると言える。しかし、サンドブラストで $1.0\mu\text{mRz}$ 以上に仕上げるだけで、いずれのものも $1,000\text{N}$ まで剥離が発生せず、著しく密着性が向上するのが確認できる。このことは、実際の生産現場において、超硬合金の金型がコスト的に使えないような場合には、ダイス鋼、あるいは粉末ハイスの表面粗さを制御することによって、ある程度対応できることを示唆していると言えよう。

$1,000\text{N}$ まで剥離しないものについては、さらにボールを新しくして摺動実験を試みたが、30分も持たずにすべて剥離してしまった。この結果から、ダイス鋼、ハイス基材は超硬合金基材に比べれば密着性が劣ることを示していると言える。この結果はこれまでの多くの研究結

## ドライプレス加工を目的とした DLC 膜の工具への密着性向上 (片岡征二)

Table 4. Result of exfoliation-proof property examination for various surface asperity disk.  
Disk material : tool steel alloy and powder metal highspeed steel

Material	Method	Surface roughness / $\mu\text{mRz}$	Normal load/N					
			100	200	400	600	800	1000
SKD11a	L	0.05	××	××				
	G	2.5	○○	○○	○×	××		
	B	1.0	○○	○○	○○	○○	○○	○○
		3.0	○○	○○	○○	○○	○○	○○
		5.0	○○	○○	○○	○○	○○	○○
SKD11b	L	0.05	○○	○○	○×	××		
	G	1.5	○○	○○	○×	○×	××	
	B	1.0	○○	○○	○○	○○	○○	○○
		3.0	○○	○○	○○	○○	○○	○○
		5.0	○○	○○	○○	○○	○○	○○
SKHa	L	0.05	○○	○○	○×	○×	○×	○×
	G	1.2	○○	○○	○○	○○	○×	××
	B	1.0	○○	○○	○○	○○	○○	○○
		3.0	○○	○○	○○	○○	○○	○○
		5.0	○○	○○	○○	○○	○○	○○
SKHb	L	0.05	○○	○×	○×	××		
	G	1.7	××					
	B	1.0	○○	○○	○○	○○	○○	○○
		3.0	○○	○○	○○	○○	○○	○○
		5.0	○○	○○	○○	○○	○○	○○

果と一致するものである。

(3) セラミックスにおける耐剥離性実験結果

基材としてセラミックスを用いた場合の実験結果をまとめて Table 5 に示す。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub> を基材とした場合、ラッピング面でも研削面でも、わずか 100N の垂直荷重

で剥離が発生する。Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> においては、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub> に比べ研削面では耐剥離性は向上するものの、ラッピング面ではやはりわずか 100N の垂直荷重で剥離が発生する。これに比べて SiC においては、ラッピング面でも 1,000N の垂直荷重で摩擦試験をしても剥離は発生しない。30 分ご

## 湘南工科大学紀要 第42巻 第1号

**Table 5.** Result of exfoliation-proof property examination for various surface asperity disk.  
Disk material : ceramics

Material	Method	Surface roughness / $\mu\text{mRz}$	Normal load/N						
			100	200	400	600	800	1000	
$\text{Al}_2\text{O}_3$	L	2.5	××						
	G	14.9	××						
$\text{ZrO}_2$	L	1.4	××						
	G	7.0	××						
SiC	L	0.8	○○	○○	○○	○○	○○	○○	○○
	G	8.6	○○	○○	○○	○○	○○	○○	○○
$\text{Si}_3\text{N}_4$	L	0.5	××						
	G	6.9	○○	○○	○○	○○	○×	○×	

**Table 6.** Influence of interface layers.  
Cemented carbide disk lapped surface.

Method	Normal load/N					
	100	200	400	600	800	1000
SiC	○○	○○	○○	○○	○○	○○
SiCH	○○	○×	××			
SiCOH	○○	○○	××			
Cr	○○	○○	××			
Ti	××					
Al	○×	××				

とに新しいボ - ルに交換して1,000Nの垂直荷重での摺動摩擦実験を行って、ラッピング面の場合、摺動開始と同時にDLC膜の剥離が発生した。しかし、研削面では2時間摺動しても剥離は発生しなかった。SiCとDLC膜との密着性は非常に良好であるということ、さらに基材がセラミックスSiC、および $\text{Si}_3\text{N}_4$ の場合にも粗さの大きい方が良いことが確認できた。

#### (4) 中間層の影響

基材としてラッピング仕上げの超硬合金を用い、各種の中間層を成膜した条件における実験結果をまとめてTable 6に示す。

剥離を発生しない垂直荷重は、ほとんどのものがわずか200N以下までであり、それを越えると剥離が発生する。しかし注目されるのが、SiCの中間層であり、1,000Nの垂直荷重でも剥離を発生しなかった。他の中間層に比

## ドライプレス加工を目的とした DLC 膜の工具への密着性向上 (片岡征二)

べずば抜けた密着性が確認できる。この結果は、前節のセラミックス SiC と同じ結果と言え、今後、SiC と DLC 膜との接着メカニズムを解明することが重要ということを示唆している。

SiC についても、ボ - ルを新しいものに替えて垂直荷重 1,000N で 2 時間の摺動実験を試みたが、摺動開始と同時に DLC 膜の剥離が発生した。超合金基材でサンドブラスト面に比べれば劣るものの、ラッピング面でこれまでの密着性が確保できたことは、中間層としての SiC の実用化に期待が持てる。

### 3.2 無潤滑絞り実験結果

絞り加工用金型への DLC 膜のコーティング条件は、実験の基礎摩擦試験の結果から、まず、絞り金型の表面をサンドブラストによって  $3.2 \mu\text{mRz}$  に仕上げ、その後中間層として SiC をコーティングし、その上に DLC 膜をコーティングした。

被加工材は、純アルミニウム板 A1100P-O とし、無潤滑の条件で連続 10,000 回の絞り加工を行い、その時の成形品の 100 回の絞り加工毎の表面粗さを測定した結果を Fig. 3 に示す。なお、2,000 回の絞り回数までは安定せず、時々破断を発生するものもあり、データはカットした。これは Fig. 1 に関して述べたように、なじみの問題と考えられるが、実際の加工に際しては、DLC 膜コーティング後に、表面の若干のラッピングも必要になると思われる。表面粗さは、成形品側壁部を円周方向に測定した。

図には、DLC コーティング絞りダイスの使用前の表面粗さを測定した結果も図中に直線として併記してある。なお、未使用のダイスの表面粗さは  $2.98 \mu\text{mRz}$  であり、10,000 回使用後の表面粗さは  $3.00 \mu\text{mRz}$  となり、使用前後もダイスの表面粗さはほとんど変化していない。すな

わち、DLC 膜の剥離は発生しないことが確認された。

さて、DLC 膜コーティングダイスで無潤滑絞り加工を行った成形品の表面粗さであるが、DLC コーティング絞りダイスの表面粗さを中心に推移することが確認できた。すなわち、10,000 回使用後も表面に焼付による肌荒れがほとんど生じず、DLC 膜コーティングダイスの表面性状がそのまま転写されることが確認された。ただし、部分的な凝着の発生が観察された。これは、表面粗さが粗いために、その表面の凹凸の凸部で削られたアルミニウムの一部が凹部に堆積し、これらと被加工材が凝着するものと考えられるが、焼付に至るようなものではなかった。

一方、参考のために DLC 膜をコーティングしていない超合金ダイスを用いて無潤滑絞り加工した成形品、および潤滑油を使用して絞り加工した成形品の表面粗さを測定した。無潤滑で絞り加工した場合、表面粗さは  $4.45 \mu\text{mRz}$  となった。超合金ダイスの未使用の状態での表面粗さは  $0.20 \mu\text{mRz}$  であることを考慮すると、無潤滑の絞り加工の条件では、加工中に激しい凝着が発生したことが伺われる。また、潤滑油を用いて絞り加工した表面粗さは  $4.35 \mu\text{mRz}$  となった。潤滑油を用いた絞り成形品の表面粗さは、DLC 膜コーティングダイスによる無潤滑絞り加工に比べ表面粗さが  $1 \mu\text{mRz}$  以上大きい。これは、潤滑油を使用することによってダイスと被加工材との間に厚い油膜が形成され、加工によって被加工材表面に肌荒れが生じたためと考えられる。

以上の DLC 膜コーティングダイスを用いた無潤滑絞り加工の実験結果から、無潤滑での絞り加工の実用化が十分可能と期待できる。

## 4. ま と め

(1) 基礎摩擦試験における結果から、DLC 膜の密着性は、ラッピング仕上げ面、研削仕上げ面、サンドブラスト仕上げ面の順に向上するのが確認できた。また、基材材質は超合金とセラミックスの SiC が優れているのが確認できた。

(2) DLC 膜をコーティングした絞りダイスの場合、無潤滑の条件で 10,000 回の絞り加工に使用後も表面粗さが未使用のものほとんど変化しない。また、表面観察の結果から、DLC 膜の剥離も発生していないのが確認された。

(3) DLC 膜コーティング絞りダイスで無潤滑絞り加工を行った成形品の表面粗状態は、10,000 回の絞り加工後

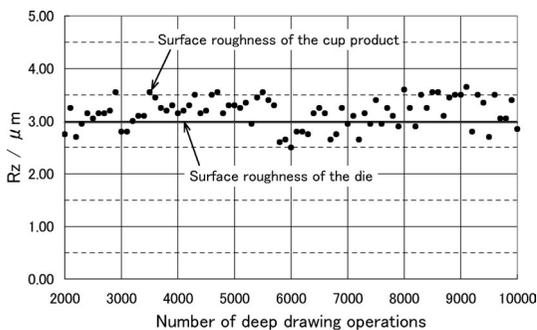


Fig. 3. Surface roughness values for the obtained cup product and number of deep drawing operations

にも表面に焼付による肌荒れがほとんど生じず，DLC膜コーティングダイスの表面粗さ ( $3\mu\text{mRz}$ ) がそのまま転写されることが確認された。

(4) 以上の結果から，基材との密着性を向上させるコーティング条件でDLC膜をコーティングした金型を用いることによって，無潤滑での絞り加工，すなわちドライ加工の実用化の可能性が確認された。

#### 参考文献

- 1) 片岡征二：トライボロジスト, 46-7 (2001), 509-515.
- 2) 片岡征二：塑性と加工, 43-492 (2002), 3-10.
- 3) Murakawa, M., Koga, N., Takeuchi, S.: Trans. ASME, J. Manuf. Sci. and Eng., 121 (1999), 674-678.
- 4) たとえば, 大原久典：第188回塑性加工シンポジウムテキスト, (1999), 45.