

金型鋼の品質向上及び寿命向上に関する研究

— PVD・CVD処理皮膜の皮膜挙動について —

口原 政彦・古谷 国夫・斎藤 修

Study on the Quality and Life Up of Die Steel

Behaviour of PVD and CVD Coating on Die Cast Die Steel

Masahiko HIHARA, Kunio FURUYA and Osamu SAITO

1. はじめに

ダイカスト金型鋼の寿命を向上させるうえで、考慮しなければならない要因に、金型製作過程で発生する加工欠陥（加工時のツールマーク、鋭利なコーナーおよび放電加工変質層）および熱疲労に伴って発生するヒートクラックの存在などがある。

ダイカスト製造の操業過程では加熱—冷却の繰返しにより金型表面近傍に、大きな熱応力が発生する。この熱応力は金型材料の高温における材料強度を上回ることから¹⁾、これらの欠陥が原因となり、金型表面へのヒートクラック発生頻度が高くなる。ヒートクラックの金型材料内部への進展に伴い、金型の変形、破壊および製品への転写などが起る²⁾³⁾。

ヒートクラック発生はこの様な金型表面の加工欠陥を起点として進展することが多く、金型の寿命向上には、金型表面の健全性を高めることが不可欠となる。それらのことから、本研究ではヒートクラックの挙動を観察しその進展状況を明らかにするとともに、硬質皮膜処理金型（CVD、PVD処理）における皮膜の挙動とヒートクラックの関係について検討したので報告する。

また、操業金型部品（鋳抜ピン）に硬質皮膜処理を施し、実証試験を行ったので、それらの結果についても合わせて報告する。

2. 実験方法

実験方法については前報⁴⁾に詳細を述べてある

のでここでは省略するが、金型材表面に各種の硬質皮膜を形成させた試料について、実機への適用のための予備試験（溶損試験およびヒートサイクル試験など）を行った後、皮膜と生地領域の挙動を走査型電子顕微鏡観察およびX線マイクロアナライザー分析（XMA）により検討した。

2-1 素材

本実験に用いた素材は市販の熱間金型工具鋼（SKD61）であり、図1に示す形状に機械加工をした後、焼なまし（650℃、2hr、炉冷）→焼入れ（1030℃、1hr、油冷）→焼戻し（550℃、1hr、空冷、2段）処理を行い、硬度をH_{RC}45に調整したものである。この試料について、各シュミレーション試験を実施した。

なお、図1に示す試料の径58mmの円形面はエメリーにより、#600番まで研磨を行い、鏡面状態として極力、機械加工のキズを除去した。又、金型部品（鋳抜ピン）は快削鋼（プレハードン鋼H_{RC}40）を用いた。

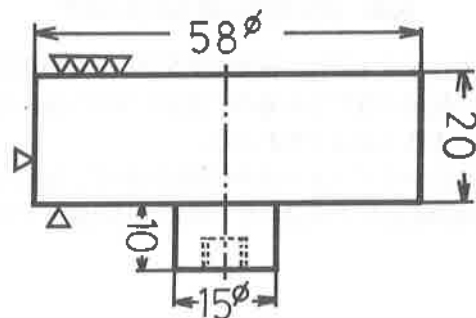


図1 試験試料形状

2-2 硬質皮膜

硬質皮膜は近年、非常に多くの種類が製品化され、各専業メーカーによって適用領域の拡大が図られているが^{6,7)}、本実験に適用した皮膜はPVD処理のTiN、CrNおよびCVD処理のTiN、TiC、TiC-TiNとTiCNの各々であり、これらの皮膜挙動について、各試験後の皮膜と生地との境界領域の観察から検討した。

表1 硬質皮膜の種類と膜厚

	TiN	CrN	TiC	TiCN	TiC-TiN
PVD	2.0	1.4	—	—	—
CVD	3.2	—	5.6	8.7	7.2

(μm)

表1に実験に用いた皮膜の種類とその膜厚について示す。PVD処理皮膜の膜厚は数μmと薄く、CVD処理はそれらに比べ、厚くなっている。膜厚は処理方法、処理時間などによって、調整が可能であるが、皮膜処理鋼の適用領域によって性能が著しく異なることから、熱間金型鋼の場合、PVD、CVD処理ともに比較的薄い皮膜を形成し検討を行った。

3. 結果および考察

3-1 素材試料について

皮膜処理をしない、SKD61試料におけるヒートサイクル試験後の表面と断面観察結果を写真1に示す。写真1-aは試料表面に発生したヒートクラックの状況である。左下の領域が試料の端部であり、ヒートクラックは試料表面全域に網目状に発生している。クラック開口部の大きさは中心部と端部で多少異なり、熱膨張-収縮過程で冷却速度の違いが原因しているものと考えられる。

また、クラック間隔の狭い領域ではクラックが相互に連結し合い、他の領域へ進展する形態を示している。

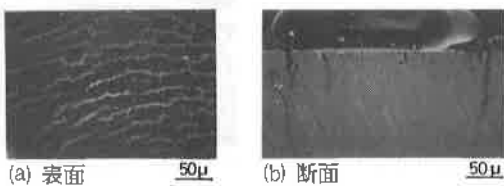


写真1 素材 (SKD61) のヒートクラック発生状況

写真1-bは断面観察結果である。表面近傍には多数のクラックが存在すると同時に、クラック発生初期のもの、深い領域まで進展したクラックとの混在した状態が認められる。また、クラックの生地への進展状況はクラック進展近傍の生地状態によって異なり、直線的あるいは屈折的に進行するものなどか認められる。ダイカスト金型鋼の操業状態は急激な加熱-冷却の繰返しであることから、材料表面に熱応力が繰返し発生し、靱性の低下を引き起す。すなわち熱疲労によって、材料が破壊することになり、ヒートクラックの発生となる。ヒートクラックの成長が著しくなると金型の破壊が起る。

クラックの発生と進展に伴って、クラック内部には酸化物と考えられる析出物の存在が認められる。クラック表面近傍に存在する析出物は熱サイクルの繰返しおよび生地との熱膨張率の違いによるものか明確でないが、脱落している状況を呈する。

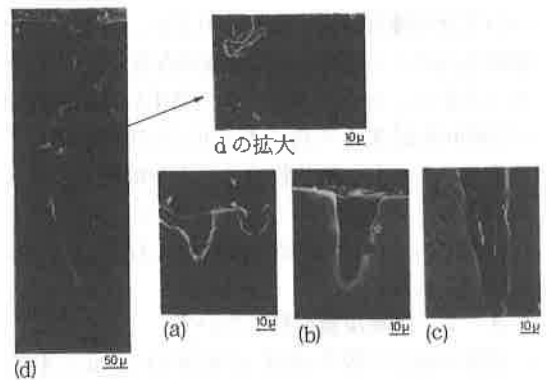


写真2 素材 (SKD61) ヒートクラック状態観察

写真2-a、b、c、dの各々はヒートクラック発生ならびに進展状況を示した結果である。aはヒートクラック発生初期の状態であり、表面の結晶粒界などが表面酸化され、クラックの起点となり、クラックが発生し、開口と同時にクラック壁が酸化され体積膨張を伴いながら生地中へ進行する。bはクラック進展の中間段階を示す。クラック内部に析出した酸化物は割れを伴い徐々に内部へ進展する状況を呈す。クラック先端部に生地とは異なる組織の変化した領域が認められるが、

この領域はクラック壁の急激な酸化に伴う、生地中の脱元素現象によって引き起こされた異常層と考えられる。c、dはクラックの成長が深い領域まで達した状態を示している。dの領域における、クラック内に存在する析出物の組成について、XMAによる点分析を行った結果が図2である。

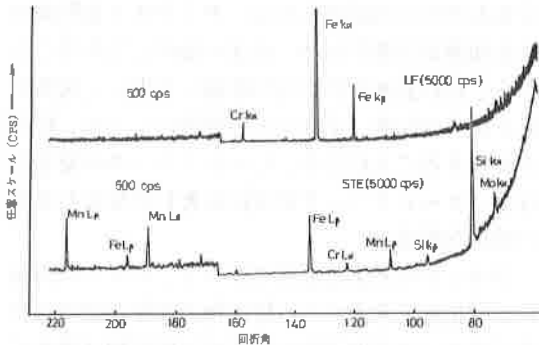


図2 ヒートクラック内析出物のXMA点分析
(写真2-dの拡大部分)

LiFとSTE分光結晶を用いて析出物内の元素分析を行った結果から、Fe、Cr、MnおよびSiの各元素による回折線が明確に認められるが、O元素については明確な存在が認められない。なお、検出感度を高めた分析からはO元素の存在が認められることから、ヒートクラックの発生した試料表面のX線回折結果から得られた Fe_3O_4 の酸化物と一致する。しかし、酸化物内の元素分析結果からはFe以外の元素も認められることから、 Fe_3O_4 が主化合物であるが、他元素の酸化物も存在していると推定される。

3-2 硬質皮膜試料について

各種の硬質皮膜を素材(SKD61)表面に形成させた試料について、試験前、溶損試験およびヒートサイクル試験後の各硬質皮膜性状を検討した。写真3は試験前の各種の皮膜状態を観察した結果である。PVD処理によるTiNおよびCrN皮膜は皮膜形成処理温度が約500°CとCVD処理に比べ低いため、皮膜と生地との領域が明確になっている。一方、CVD処理による各皮膜と生地との境界領域は一部の組織と皮膜とが拡散結合している状態を示す。又、皮膜直下の生地領域は結晶粒の粗大化及び非整合な部分も認められる。これらの現象はCVD処理時における。試料の加熱(約1050°Cの近傍)および皮膜生成時の雰囲気ガスと生地との反応などによる影響と考えられる。

3-3 溶損試験後の皮膜状態

3-2示した各種の皮膜試験について皮膜と溶融Alとの親和性および耐ヌレ性を検討するために、680°Cの溶融Al中に一定時間浸せきした後の皮膜と生地との状態を観察した結果が写真4である。なお、溶損試験後の皮膜試料は部分的に溶融Al中に溶出が認められ、完全な皮膜状態を残すことが少ないが、各写真は、皮膜の残存した領域について観察結果を示した。

aのTiN皮膜(PVD処理)は比較的膜の残存率が高く、溶損試験での重量減少量も少ないことから、TiN皮膜の耐溶損性は良好である。

bのCrN皮膜(PVD処理)は溶損試験終了時の状態は皮膜面がすべて脱落し、溶出してしまい、ダイカスト金型の溶湯に接する領域への適用は不可能であることが明らかとなった。写真は溶損試験初期状態を示すが、CrN皮膜の脱落は熱衝撃によって皮膜に多数のクラックが発生し、剝離状態を呈しながら進行する形態をとる。

cの1、2はTiN(CVD処理)の皮膜状況を示す。TiN皮膜は各種の硬質皮膜のなかでも比較的、硬度が低い(1700~2000HV)ため、皮膜自体の靱性によって、割れの発生を阻止することが観察される。皮膜の性状が良好なために、生地と皮膜との境界部に生地からのガス成分の拡散によると

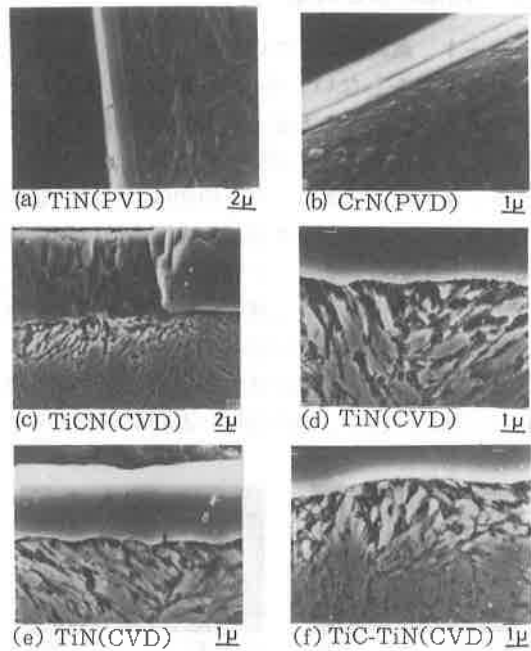


写真3 試験前の硬質皮膜の走査電顕観察

考えられる空孔の存在が多くの領域で認められる。
c-2は生地中に一部分TiN皮膜が成長した結果
と考えられる突起物が観察されるが、これらの成
長過程およびその機構については今後更に検討が
必要であると考えられる。

dの1、2はTiC (CVD処理) の場合である。
TiC皮膜は本実験に用いた他の皮膜に比較して硬
度が高く、熱衝撃に対して弱いために、写真から
も明確なように、皮膜内に割れの存在が多数認め
られる。又、割れた領域から、溶融Alの浸入あ
るいは加熱による酸化の影響が明確でないが、生
地領域にヒートクラック状の析出物あるいは堆積

物の存在が認められる。

eの1、2はTiCN (CVD処理) の結果を示し
ている。TiCN皮膜はTiNとTiC化合物の中間組成
を持ち、結晶構造が非常に類似していることから、
両者の利点を相互に利用した皮膜であるが、溶損
試験後の皮膜破壊形態はTiC皮膜の場合と、同様
な挙動を示した。

fの1、2はTiC-TiN (CVD処理) の皮膜状
態を示す。この皮膜は二種類の皮膜を形成させた
ものであり、試験前の観察においては、二層の存
在が明らかでなかったが、溶損試験後の観察にお
いては生地側にTiC皮膜が、表面側にTiN皮膜の
存在が明確に認められた。また、TiC皮膜の領域
は熱衝撃によって皮膜の割れが認められるが、Ti
N皮膜は比較的健全で、溶損による障壁になるも
のと考えられる。これからも、TiN皮膜の有効性
が確認できる。

3-4 ヒートサイクル試験後の皮膜状態

各種の硬質皮膜試料について、加熱 (570°C)
と冷却 (100°C) のヒートサイクルを与え、硬質
皮膜の耐熱衝撃性を検討した。ヒートサイクル数
は10,000サイクルとし、各サイクル数毎に試料表
面のヒートクラックの発生量を測定し、耐熱衝撃
性を評価した後、最終サイクルにおいて、ヒート
クラックの発生状態、クラックの進展状況につい
て断面観察から検討した。各皮膜観察結果から、

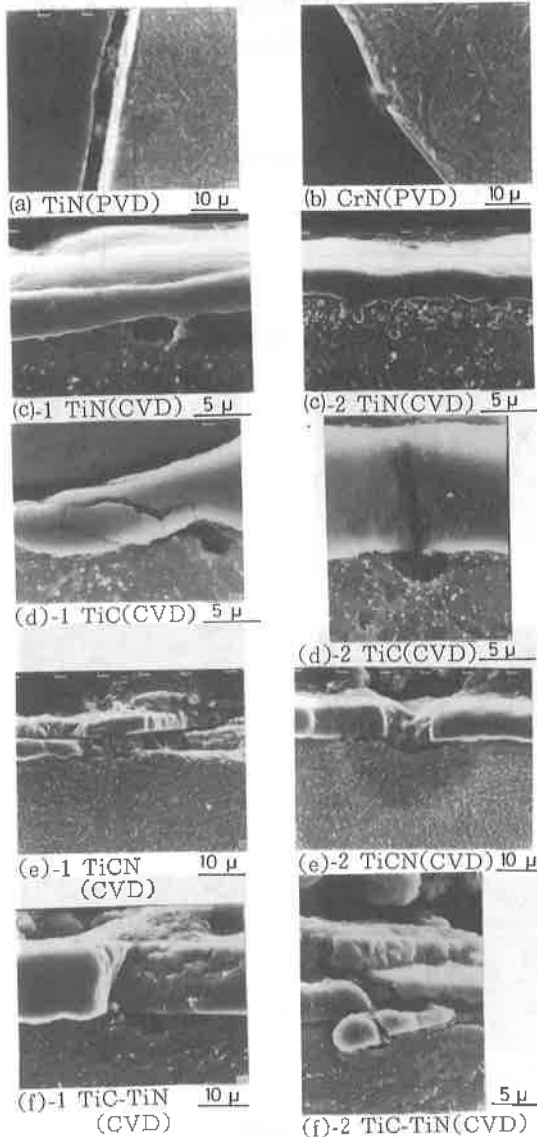


写真4 溶損試験後の硬質皮膜観察

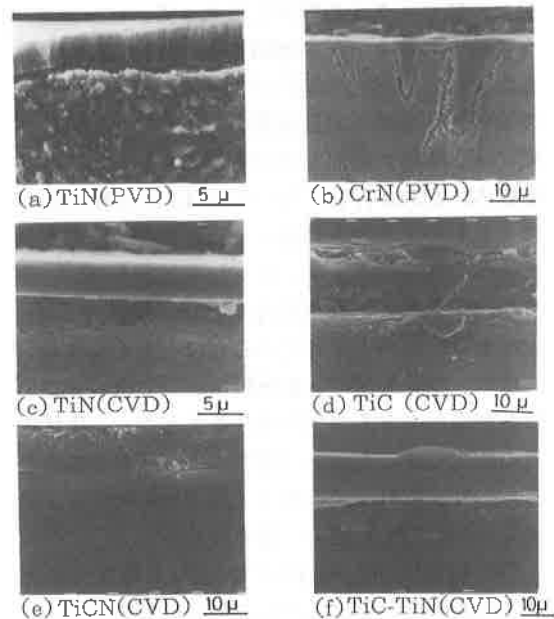


写真5 ヒートサイクル試験後の硬質皮膜観察

CrN (PVD) とTiC (CVD) には明確な皮膜の脱落が認められ、なかでも、CrN皮膜は試験終了後、全面的に皮膜の脱落が認められた。その結果、非処理材と同様、生地領域に大きなヒートクラックの成長が認められる(写真5-b)。一方、TiCの場合皮膜硬度が高いため熱衝撃に対しては非常に弱いことが示唆される。

TiN (PVDおよびCVD)、TiCN (CVD) およびTiC-TiN (CVD) 皮膜試料については、各皮膜とも健全な領域が多く、耐熱衝撃性は良好であることが認められた。

ヒートクラックの発生状況と皮膜直下に集積した空孔の状態観察結果をTiN (PVD) の場合について示したものが写真6である。aはヒートサイクル試験後の表面である。皮膜の破壊起点は下地の結晶粒界やツールマーク近傍が熱歪によって粒

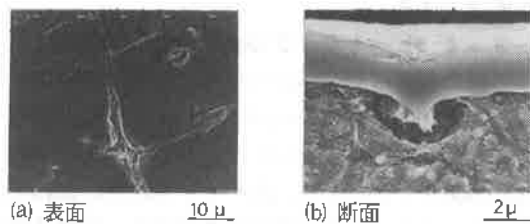


写真6 TiN (PVD) の皮膜のヒートサイクル試験後の皮膜観察

界剝離および変形し、微小領域の皮膜が破壊後、徐々に熱サイクルの繰返しによって、ツールマークに沿ってクラックが増殖するものと推察される。また、bはTiN皮膜直下に集積した空孔と、TiN皮膜の空孔領域へ成長状態を示す。この様に、皮膜自体、明確に変形しているにもかかわらず、皮膜内に割れが存在しないことはTiN皮膜の靱性によるものと考えられる。また、TiN成分の空孔領域への成長によって、ピン打ち効果を伴い、割れを阻止する。これら両者の効果が相互に作用し、耐熱衝撃性を向上させているものと考えられる。

なお、空孔近傍の元素分析においてはS元素の存在が僅かであるが認められることから、生地中の不純物元素の表面への拡散による結果であると考えられ、これらの現象は土佐ら⁹⁾のオージェによる分析結果とも良く一致する。

TiN (PVD) 皮膜近傍のXMAによる面分析結果を代表例として示したものが写真7である。面分析の測定位置は組織写真である二次電子像の

領域である。TiN皮膜の残存部分はTiの分布が明確に認められ、ヒートサイクル試験後のTiN皮膜のTi元素の存在が認められ皮膜組成が健全であることが明らかである。また、ヒートクラック内部においてはFe、O、Cr元素などの分布が認められるが、共に生地領域より、存在が少ない結果を示す。N元素については本分析の結果からは素材領域と皮膜領域との違いが明確でない。

3-5 金型部品への適用事例

各皮膜の検討結果を考慮して、ダイカスト金型部品である鋳抜ピンに硬質皮膜であるTiCN-TiN (膜厚: 3~4 μm、CVD処理) を適用した場合の結果を示す。素材は快削鋼(プレハードン鋼)であり、ピン形状は図3に示す寸法を持ったもの

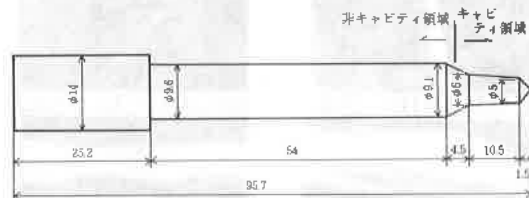


図3 金型部品(鋳抜ピン)の形状

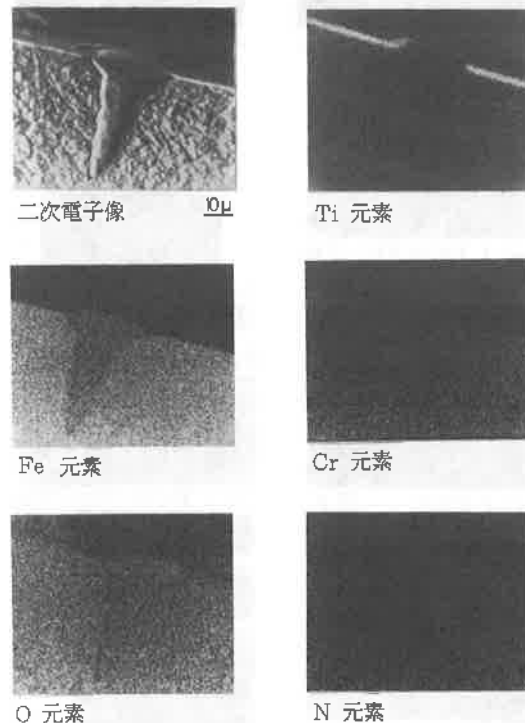


写真7 TiN (PVD) 皮膜のヒートサイクル試験後の面分析結果

である。ピン先端部が直接溶融Alに接する領域であり、この鑄抜ピンは非キャビティ領域が耐摩耗性を要求され、キャビティ領域は耐溶損性、耐ヒートクラック性および耐衝撃性を各々要求される状態である。

操業ショット数は約6000ショットであり、ショット終了後、目視検査によって、溶融Alに接している領域から割れが認められたので、金型からピンを取り出し、皮膜表面のカズリ状況ならびに皮膜の耐溶損性および耐ヒートチック性などについて断面観察により行った。表面のピン摺動部においては耐摩耗性が非常に大きく、良好な結果が得られた。しかし、溶融Alに接しているピン先端部(図3の中の $\phi 9$ と $\phi 5$ との境界)は操業過程における応力集中によって、皮膜表面に割れが発生し、その領域からピン中心部へクラックの進展が認められると同時に、その割れ直下の生地領域にヒートクラックの存在も明らかとなった。(写真8)

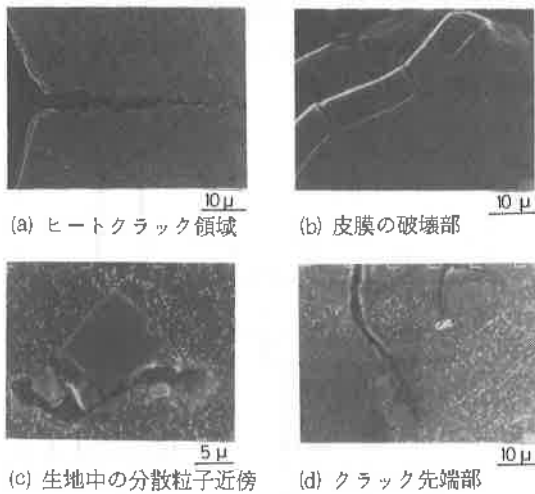


写真8 金型部品(鑄抜ピン)への硬質皮膜(TiCN-TiN)の観察

本素材は、元素分析の結果からZr元素の存在が認められることから、ZrCの分散粒子によって快削性の向上を図った快削鋼と考えられる。よって、ZrC系粒子が長時間の授業に伴って、生地との整合性を損うと同時に、皮膜近傍にそれらの粒子が存在することで、皮膜の破壊を誘発するものと考えられる。これらのことから、ダイカスト金型およびその部品に対して、これら同様の鋼種の適用は加工性が良好であっても、耐ヒートクラック性、

耐溶損性向上にはあまり有効でないことが確認された。しかし、他の領域(機械的な摩耗など)に適用した場合は効果が認められることから、なお、今後更に操業金型素材と皮膜との最適な組合せを検討した上で実機への適用を考えてゆきたい。

4. おわりに

ダイカスト金型における寿命向上策としては、金型表面へのヒートクラック発生をいかにして防止するかが課題であると考えられる。

各種の皮膜処理をSKD61材に適用した場合においても、その皮膜特性が各試験によって異なる結果を示すことから、金型全面に同一皮膜の処理を施すには処理における熱変形や寸法精度の保持などを十分に検討する必要がある。又、金型部品への硬質皮膜の適用についても、部品の操業状況を的確に把握し、耐溶損性、耐ヒートクラック性、耐摩耗性および耐衝撃性など使用部位の状況によって硬質皮膜の選択を適切に行わなければ、その皮膜の特性を有効に発揮することが難しいと考えられる。

終りに、実機試験には蛇の目金属工業株式会社のダイカストマシンを利用させていただき、技術課、製造課の皆様には多大な協力を得ましたので、ここに厚く感謝の意を表します。

文 献

- 1) 山本誠次：機械技術，32，(9)，64，(1984)
- 2) L. A. Nörstrom, B. Johansson and N. Öhrberg：11th. SDCE Conference, June, (1981)
- 3) J. M. Samuels, A. B. Draper：8th SDCE Conference. March, (1975)
- 4) A. Schindler, A. Kulmburg：9th SDCE Conference, (1977)
- 5) 日原政彦，藤原和徳：精機学会講演論文集，10月，55，(1984)
- 6) 池永勝：工業材料，32，(3)，51，(1984)
- 7) 紀田兼昭，清水紘一：アルトピア，15，(7)，20，(1985)
- 8) 土佐正弘，吉原一紘，武井厚，斎藤一男，岩木正哉，新居和嘉：金属学会誌，49，(11)，988，(1985)