

機能性薄膜の活用技術

—TiN膜のプレス金型への応用—

機械金属部 鴨志田 武 鈴木 豊*

1. 緒言

最近のプレス加工は、少量多品種化が進む中でコスト引き下げに対する要望が強く、自動化、無人化が急速に進展している。この一環として、プレス金型には、加工の高速化、形状の複雑化、高強度材の加工、無潤滑化での加工など加工条件のレベルアップが要求され金型の使用条件が苛酷になってきている。それらに伴い金型の耐摩耗、耐かじり性の向上が問題となっている。金型の耐摩耗性の向上策として各種の表面処理が行われている。

そこで、金型に施される表面処理について検討し、その中のイオンプレーティング法による硬質薄膜について金型への適用化を検討した。

2. 方法

薄膜を作成する方法としては、多種多様な方法がありイオンプレーティングについても蒸発のさせかたやイオン化法の違いにより数多くの方法がある。今回は化合物薄膜作成が可能な活性化反応蒸着法（ARE法）を用いて窒化チタン（TiN）を選定し以下の試験を行った。

活性化反応蒸着装置（ARE法）によるTiNの生成条件の検討

- ・蒸発条件：電子銃出力
- ・イオン化条件：イオン化電圧，電流
- ・膜の特性条件：ガス圧，基板温度など

作成したTiN膜の特性評価

- ・硬さ：マイクロビッカース硬度計
 - ・表面状態：光学顕微鏡，EPMA
 - ・結晶構造：X線回折装置
 - ・密着性：ひっかき試験機
- プレス金型の耐久性評価
- ・打ち抜き型，曲げ型

図1に用いた装置の概要を示す。

これは真空中で電子銃により蒸発材料を蒸発させ、その上におかれたイオン化電極に正電圧をかけ

* (株)ベテル

ることによりイオン化を行い、それに反応ガスを導入し、ガス原子と蒸発粒子のイオン化、活性化を促進しそれを加速し基板に衝突させて薄膜を得る装置である。

基板材料としては SUS304, SKD-11 を研磨して使用した。

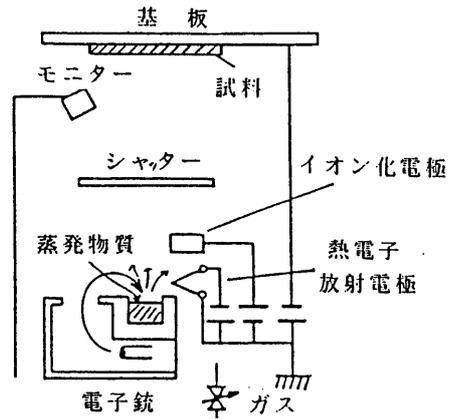


図1 活性化反応蒸着装置

3. 結果

3. 1TiN膜の生成条件

1) イオンボンバート処理

薄膜を形成する前にアルゴンガスによるイオンボンバードクリーニングを10min.行った。この処理は Ar イオンによるスパッタ効果で、表面にある付着、吸着物や薄い酸化物層などを除去できる。

2) イオン化電圧・電流

蒸発物 (Ti) のイオン化電極電圧とイオン化電極電流の関係を図2に示す。

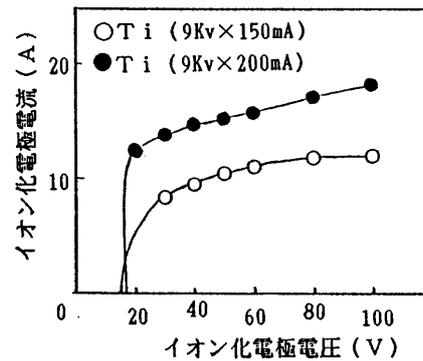


図2 イオン化電圧と電流の関係

微細で密な薄膜を形成するには蒸発物を十分にイオン化する必要がある。イオンするには物質の電離電圧以上の電圧をかければよい。Ti の電離電圧は 6.81eV である。

イオン化電圧が 20V 付近で急激にイオン化電流が流れ出す。

3) ガス圧と基板温度

N₂ ガス圧と基板温度を変化させた時の硬さの変化を図3, 4に示す。ガス圧 4 × 10⁻⁴ Torr 付近で最大硬さ Hv2300 程度が得られた。基板温度を変えた場合硬さの大きな変化は認められない。

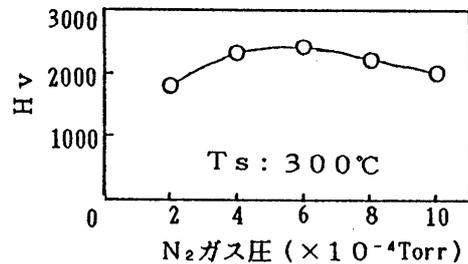


図3 N₂ガス圧と硬さ

3. 2TiN膜の特性評価

1) 結晶構造

TiN 膜断面の EPMA によるライン分析結果を図5

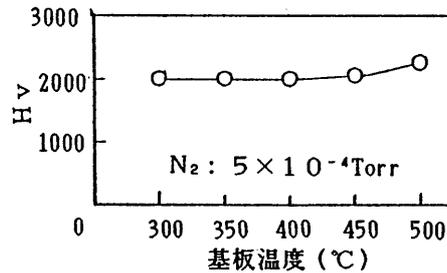


図4 基板温度と硬さ

に示す。被膜部にTi, Nのピークが現れておりTiNの生成が確認される。

被膜のX線回折の結果 TiNのみのピークであり他の化合物の生成は見られない。このことは得られた膜は非常に純粋なTiN膜であることがいえる。また, (111)面に強い配向性を持った膜である。

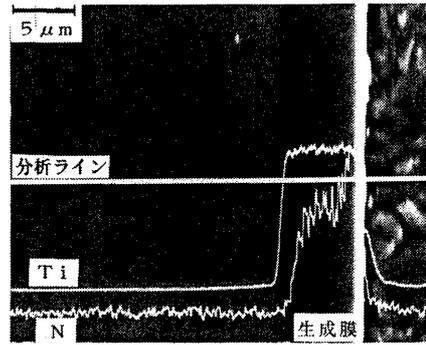


図5 被膜断面のライン分析

イオン化電流 40 A
 ガス圧 3×10^{-4} Torr
 基板電圧 200 V
 基板温度 300 °C

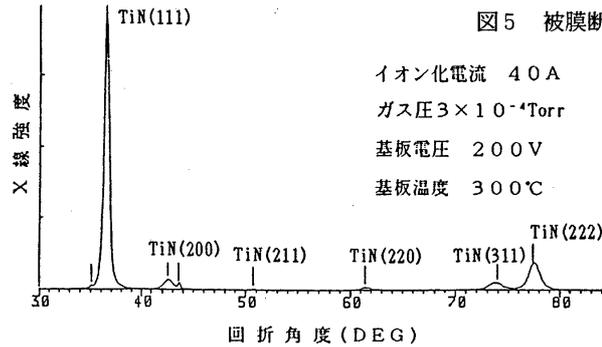


図6 被膜のX線回折パターン

2) 密着性

薄膜の密着性を試験する方法としては数多くの試験が試みられているが、そのなかで連続加重方式のひっかけ剥離試験が密着性の定量的評価法として有効である。この試験は膜の微小破壊に伴って発生するAE信号を検出し、急激に立ち上がる荷重を膜の剥離限界荷重として密着性を評価するものである。測定例を図7に剥離部の光顕像を図8に示す。

剥離部の形態を観察すると密着性の悪い場合は母材との界面より大きく剥離し密着性が高い場合にはひっかけ痕周辺より貝殻状のチッピングをおこす形態となる。ひっかけ試験では膜厚が剥離限界荷重に大きく影響するので、できるだけ膜厚を一定にして評価する必要がある。

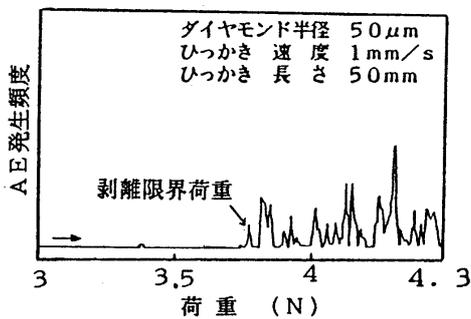


図7 ひっかけ剥離試験

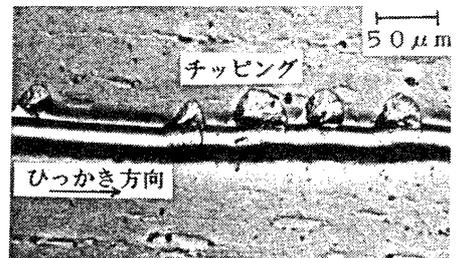


図8 剥離部の光顕像

3. 3 金型の耐久性評価

1) 抜き型

図9に示す様な形状の打ち抜きポンチにTiN膜を3 μ mコーティングし摩耗の評価はポンチの摩耗巾で行った。加工後の摩耗状態を図10に示す。

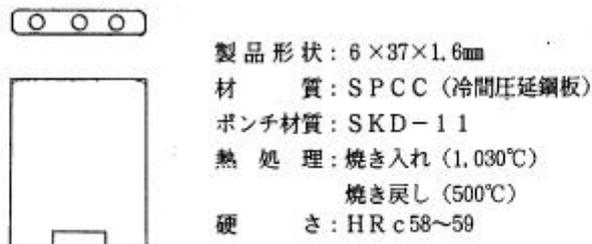


図9 ポンチ及び製品形状

TiN処理したものは、7万個加工後においてポンチ上面や直線部側面では剥離は生じなかったがコーナー部側面において膜の剥離が見られた。これはイオンプレーティング膜は母材との境界での相互拡散が非常に少ないために打ち抜き加工のように衝撃的な力で局部的に面圧が高くなる加工においては剥離が発生しやすいためと思われる。膜の剥離後も問題なく加工はできる。工具寿命として判断するには打ち抜き個数を相当増やす必要がある。



図10 ポンチの摩擦状態 (7万個加工後)

2) 曲げ型

金型とのカジリの発生しやすい亜鉛めっき鋼板の曲げ金型に処理を行った。

無処理品においては100個程度の加工で凝着、カジリによる製品キズが発生した。その状態を図11、12に示す。TiN処理した結果、5倍程度までカジリの発生がなく加工できる、元の加工数が少ないのでまだ満足できる加工個数にはなっていない。

TiNは潤滑性に優れ耐焼き付き性に効果があり、今回のテストでもある程度の向上は認められたが、さらに加工個数を増やすには表面粗さの向上や潤滑油の選定などが重要と思われる。

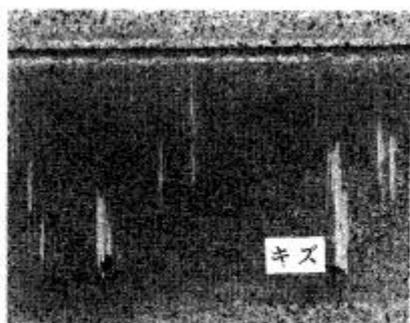


図11 カジリによるキズ

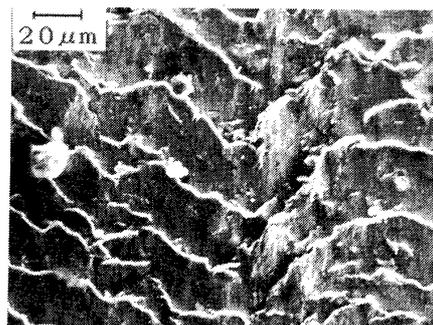


図12 カジリ部のSEM像

4. 結 言

- 1) ARE 法により生成条件を制御することにより緻密で密着性のよい純粋なTiN膜が得られる。
- 2) ARE 法によるTiN膜は面圧が高く衝撃力の加わる加工においては膜の剥離等が問題となる。
- 3) TiN膜は耐焼き付き性、耐かじり性の改善などに有効である。

参考文献

川下安司；金属表面技術 Vo1 . 35 , No1 (1984)

沖猛雄ら；金属表面技術協会 窒化物イオンプレーティング研究分科会報告