

技術論文



Technical Paper

PVD 硬質被膜のき裂発生挙動に及ぼす下地処理の影響

増田 哲也^{*1}, 清水 崇行^{*1}, 井上 幸一郎^{*2}

Effects of Shot Peening, Plasma Nitriding and Lapping before PVD Coating on Fatigue Crack Initiation Behavior

Tetsuya Masuda, Takayuki Shimizu, and Koichiro Inoue

Synopsis

Recently, the cold work die is often processed surface treatment combined with PVD coating, shot peening and plasma nitriding for improvement in die life. And, it is thought that cold work die should process lapping before PVD coating. However, the influence of shot peening, plasma nitriding and lapping process before PVD coating on die life is hardly investigated. Therefore, we investigated the influence of these processes on damage mechanisms of PVD coating by using fatigue test. Test specimens of JIS SKD61 that processed by turning, grinding, lapping, shot peening and plasma nitriding coated TiN by PVD process. These test specimens were tested at 0.2 % proof strength 0.9 times and 1.1 times of SKD61.

Shot peening, plasma nitriding and lapping process tends to be extended fatigue life when the test load is lower than 0.2 % proof strength of SKD61 industrially used. Though not widely used, when the test load is higher than SKD61's 0.2 % proof strength, these processes tends to be diminished fatigue life. Therefore, it is expected that these processes improve die life at lower than proof strength of substrate.

1. はじめに

冷間プレスなどに用いられる金型は、摩耗や被加工材のカジリ防止を目的に TiN, Ti (C,N), CrN などの硬質被膜を PVD 法でコーティングして使用されることが多くなってきており、PVD 処理技術は金型寿命の飛躍的な向上に役立っている。近年では更なる金型寿命改善を目的に、プラズマ窒化やショットピーニングとの複合により硬質被膜の密着性を向上させる試みがなされており、広く普及してきている。一方、これらの硬質被膜の密着性は、一般にスクラッチ試験などで評価されることが多い。しかし、前述したようなプラズマ窒化やショットピーニングとの複合効果は、スクラッチ試験などでは評

価することが難しく、実型で被膜性能が向上する機構が明確になっていない。また、PVD 処理前の被処理材の表面加工状態は、表面粗さが小さい鏡面に研磨するほど密着性に優れているといわれているが、これらの効果もスクラッチ試験などでは評価が難しい。そのため、基材表面はショットピーニング肌のように、表面に微小な凹凸を付与した方が良いのか、鏡面仕上げとすべきであるのか、明確な指針は示されていない。

金型にコーティングされた TiN などの硬質被膜の密着性は、被加工材が金型表面を擦るといった摩耗を評価したものと、金型に負荷される鍛造荷重による硬質被膜や金型自体の疲労現象でき裂が発生し、硬質被膜の一部が剥離する現象を評価したものの 2 つに分けて考えるこ

2010 年 3 月 11 日受付

*1 大同特殊鋼(株)研究開発本部 (Daido Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

*2 大同特殊鋼(株)研究開発本部, 工博 (Dr., Eng., Daido Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

とができる。本報告では、後者のき裂発生挙動に主眼を置いた調査を行った。

今回は、硬質被膜を被覆した供試材を用いて引張試験と疲労試験を行い、それぞれの被膜に発生するき裂の状態を観察することにより、硬質被膜の密着性や剥離挙動におよぼすプラズマ窒化やショットピーニングおよび表面仕上げ状態の影響について検討した。

2. 供試材および実験方法

2. 1 供試材

JIS-SKD61（以下 SKD61）を 45 HRC に調質した素材を Fig.1 に示す形状に加工し、Table 1 に示した表面仕上げ状態と表面処理を組み合わせた供試材を準備した。

ショットピーニングの条件は、投射材 50 μm スチールビーズ、投射圧 0.4 MPa とした。また、プラズマ窒化の条件は、処理温度 450 °C、処理時間 5 h の処理とした。

冷間プレス型の PVD 被膜密着性を評価するのであれば、基材として JIS-SKD11（以下 SKD11）を使用すべきであるが、ここであえて SKD61 を使用した理由は、SKD11 では粗大な晶出炭化物が多く、疲労試験時に被膜に損傷が発生する前に、晶出炭化物を起点とした基材起因の破壊が起こり、試験が中断することを危惧したためである。

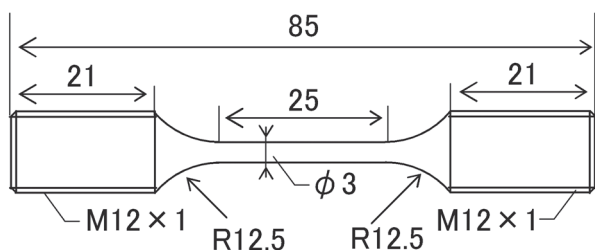


Fig.1. Schematic drawings of the fatigue test specimen.

Table 1. Characteristic of specimens.

Number	Machining process	Lapping	Shot peening	Plasma nitriding	PVD coating	Surface roughness, Rz / μm
R3	turning	×	×	×	TiN	2.16
R5	turning	×	×	○	TiN	2.47
T3	grinding	○	×	×	TiN	0.86
T5	grinding	○	×	○	TiN	0.71
U3	grinding	×	○	×	TiN	5.32
U5	grinding	×	○	○	TiN	5.42

○ : applied × : non-applied

2. 2 試験方法

試験には(株)島津製作所製油圧サーボ式試験機を用い、引張試験と疲労試験を実施した。引張試験は、Fig.1 に示した試験片に一定の歪みを付与した後に除荷し、硬質被膜を SEM で観察してき裂の有無を確認する作業を、しだいに付与する歪み量を増やしながら繰返し、き裂が発生する歪み量を調査した。疲労試験は、G.L.=15 mm、正弦波、周波数 5 Hz、応力比 0.1 で引張-引張の試験を実施した。寿命判定は完全破断とした。試験応力は、引張試験結果から決定し、供試材の 0.2 % 耐力の 0.9 倍と 1.1 倍にあたる 1250 MPa と 1530 MPa とした。

3. 試験結果および考察

3. 1 供試材の組織と硬さ分布

Fig.2 に供試材の断面組織を示す。いずれの供試材も 3.0 ~ 3.6 μm の TiN 被膜が観察される。また、ショットピーニングが施された供試材では、他のものと異なり表面に微細な凹凸が確認される。Fig.3 は供試材の表層からの硬さ分布を測定した結果である。プラズマ窒化された供試材の表層硬さは 920 ~ 980 HV を示し、表層から約 75 μm まで窒化による硬化層が確認される。

3. 2 引張試験におけるき裂発生歪みの評価

PVD 法によって形成された硬質被膜は、被膜自体が非常に硬く靱性が低いことと多数欠陥を含んでいると考えられているため、比較的小さな歪みでも容易にき裂が発生すると予想していた。本実験では、引張試験により、試験片に一定歪みを付与した後に除荷し、SEM で硬質被膜を観察することにより各供試材のき裂発生歪み

を調査した。

この方法は、スクラッチ試験と異なり、基材硬さとは無関係に、一定の歪みを供試材に与えて被膜への損傷を評価できることや、き裂検出に表面粗さの影響を受けないことから、ラジカル窒化やショットピーニング処理された供試材間の被膜密着性比較には有効な手段と考えた。

Fig.4 は引張試験時の S-S 曲線の例を示したものである。今回は最大全歪みで 3% を付与して、硬質被膜のき裂発生有無を調査した。Fig.4 から分かるように、全歪み 3% では塑性歪みで約 2% が付与されている。また、このときの負荷応力は 1600 MPa であった。

Fig.5 に引張試験で最大歪みを付与した全歪み 3% の供試材の表面 SEM 写真を示す。いずれの供試材にも硬

質被膜にき裂の発生は認められなかった。

一般に冷間ダイス鋼のように高強度で、粗大な晶出炭化物を含む金型材料では、引張試験時の塑性歪みが 1% 未満でも破断にいたる¹⁾ ことから、今回付与した 3% の全歪みが実際の金型に付与された場合には、金型に大割れが発生すると予想される。このことから、今回調査した PVD 被膜は、一般的な冷間ダイス鋼よりも高い引張強度を有しているといえる。

3. 3 疲労試験におけるき裂発生挙動の評価

本実験では、供試材の弾性変形領域での負荷応力と塑性変形領域での負荷応力の 2 水準で疲労試験を実施後、SEM で硬質被膜を観察することにより、それぞれのき裂発生挙動を調査した。負荷応力は、供試材の 0.2

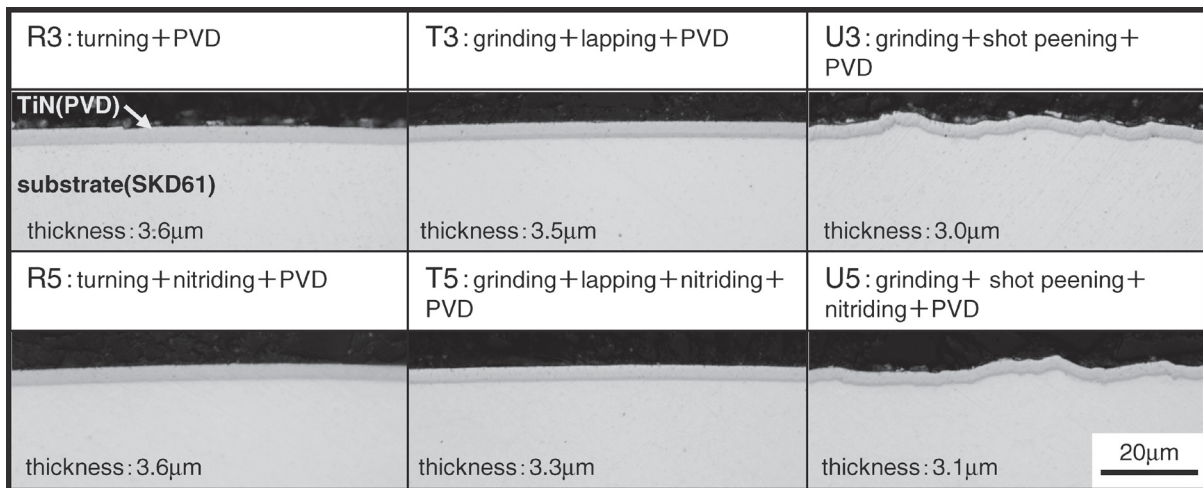


Fig.2. Optical microstructures of specimens.

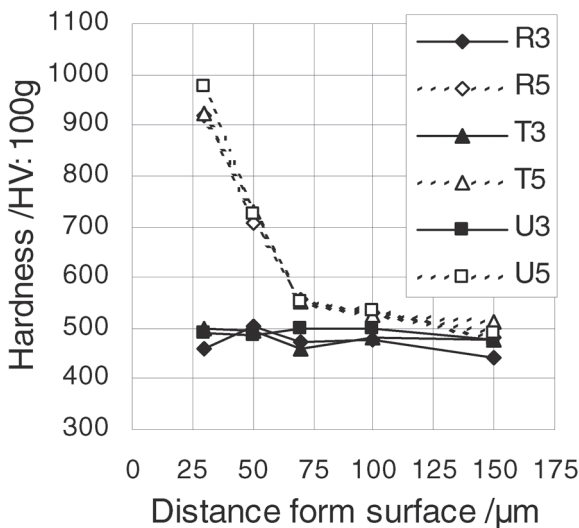


Fig.3. Hardness distribution from surface.

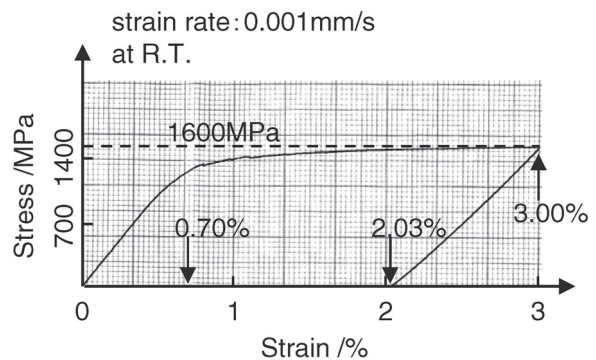


Fig.4. Example of stress-strain curve (R5).

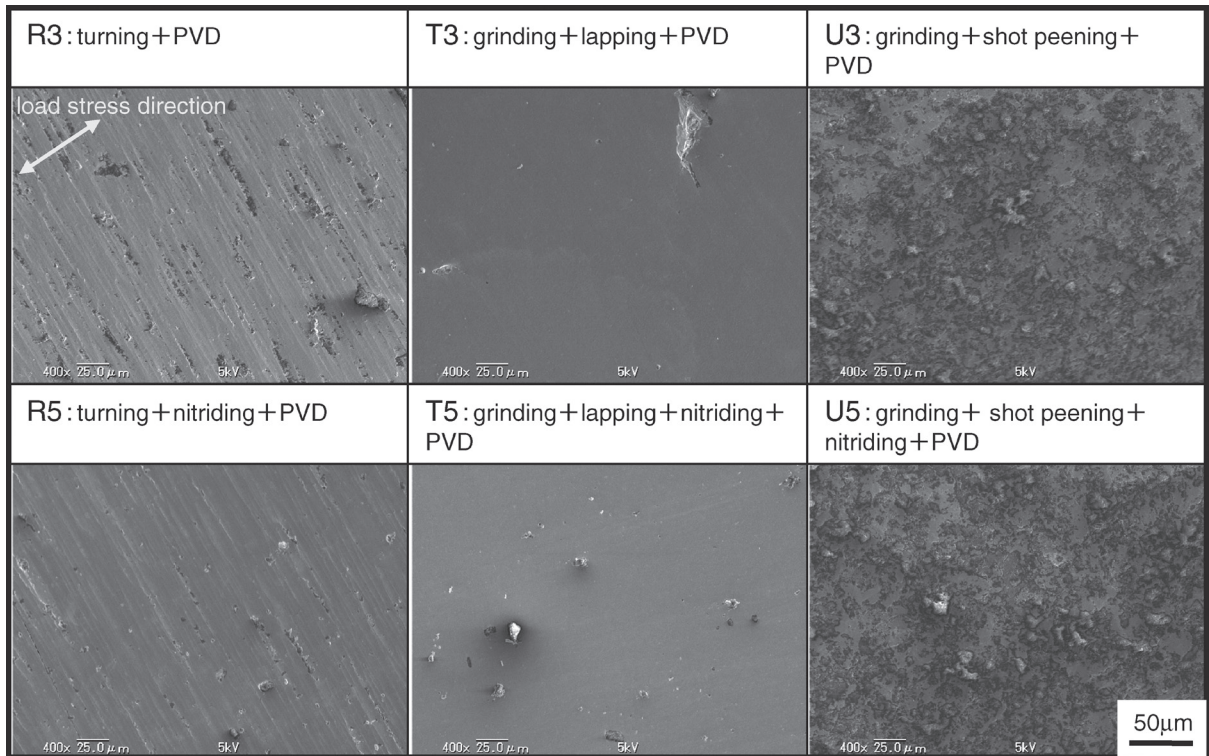


Fig.5. SEM observation of surface after tensile test at 3 %-strain.

%耐力の0.9倍と1.1倍の2水準で疲労試験を行うこととした。このときの0.2%耐力には、前述した引張試験時S-S曲線から各供試材の0.2%耐力を求め、これらを平均した値である1390MPaを使用した。すなわち試験応力は1250MPaと1530MPaの2水準で実施した。

Fig.6に供試材の0.2%耐力の0.9倍と1.1倍の2水準の応力で疲労試験を行ったときの各供試材の破断寿命を示す。当然ではあるが、低い応力である0.2%耐力の0.9倍で試験した供試材の寿命が、1.1倍で試験したものより長くなっている。また、0.9倍で試験したものでは、切削仕上げより研削+ラップ仕上げや研削+ショットピーニング処理した供試材の方が破断寿命が長くなっている。さらにプラズマ窒化を施したものでは、切削仕上げ、研削+ラップ、研削+ショットピーニングのいずれも破断寿命は向上する。このようにラップによる表面粗さの低減や、プラズマ窒化による表面硬さの増加により、破断寿命が向上することが確認できた。

また、ショットピーニングによる破断寿命向上の機構を確認するため、寿命向上が顕著であったプラズマ窒化なしの研削+ラップ、研削+ショットピーニングの硬質被膜を薬品により除去した後に、X線法により残留応力を測定した。残留応力の測定結果は、研削+ラップ

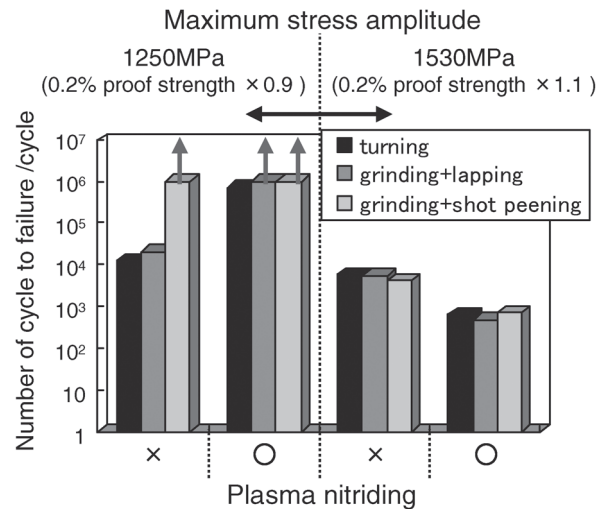


Fig.6. Comparison of fatigue life (○ : applied, × : non-applied) .

が-318 MPa、研削+ショットピーニングが-628 MPaであった。これらのことからショットピーニングによる破断寿命の向上は、PVD処理後もショットピーニングによる圧縮残留応力が完全に消滅せず、残っているためと考えられる。

以上のように0.2%耐力の0.9倍の応力で疲労試験をした結果では、基材の疲労強度向上に有効とされる処理

が影響して、PVD 処理品についても破断寿命の向上が認められた。

一方、0.2 % 耐力の 1.1 倍の応力で実施した疲労試験では、ラップによる表面粗さの低減やショットピーニングによる破断寿命改善の効果は確認できなかった。さらに 0.2 % 耐力以下の試験応力では、破断寿命改善に非常に効果的であったプラズマ窒化が、0.2 % 耐力以上の試験応力では、寿命を低下させる現象が認められた。0.2 % 耐力の 1.1 倍で疲労試験をした結果では、表面粗さや残留応力は破断寿命改善にほとんど効果がなく、プラズマ窒化による表面硬さの増加は、逆効果であることが明らかになった。

3. 4 表面処理材の疲労挙動

Fig.7 は 0.2 % 耐力の 0.9 倍の応力で疲労試験した供試材の破断部近傍の硬質被膜表面を SEM で観察した結果である。いずれの供試材も疲労試験後の硬質被膜に、破断部以外のき裂は認められない。硬質被膜は、引張試験で塑性歪み 2 % を与えてもき裂が発生しなかったことから、0.2 % 耐力の 0.9 倍の試験応力、すなわち塑性歪みが 0.2 % 以下の試験条件では、繰返し応力下でも破断部以外にき裂は発生しないものと推測される。

Fig.8 は 0.2 % 耐力の 0.9 倍の応力で試験した供試材の破面を SEM で観察したものである。切削、研削+ラッ

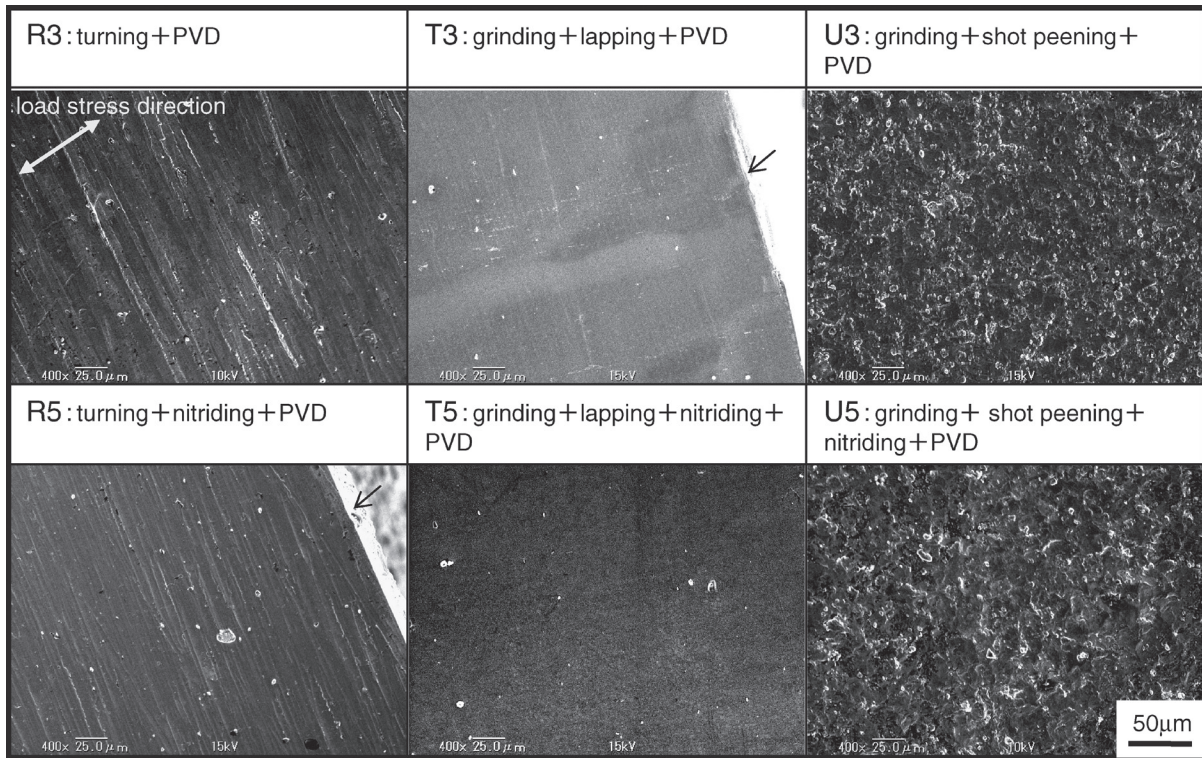


Fig.7. SEM observation of PVD coating surface at 0.2 % proof strength × 0.9.

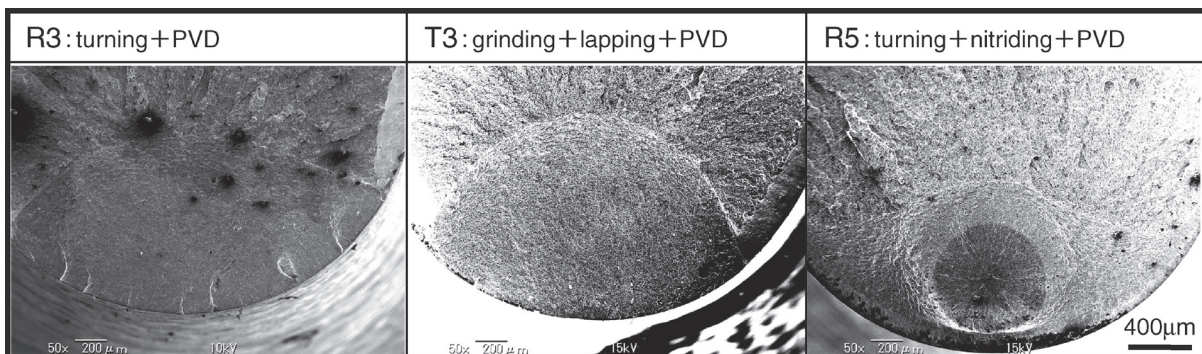


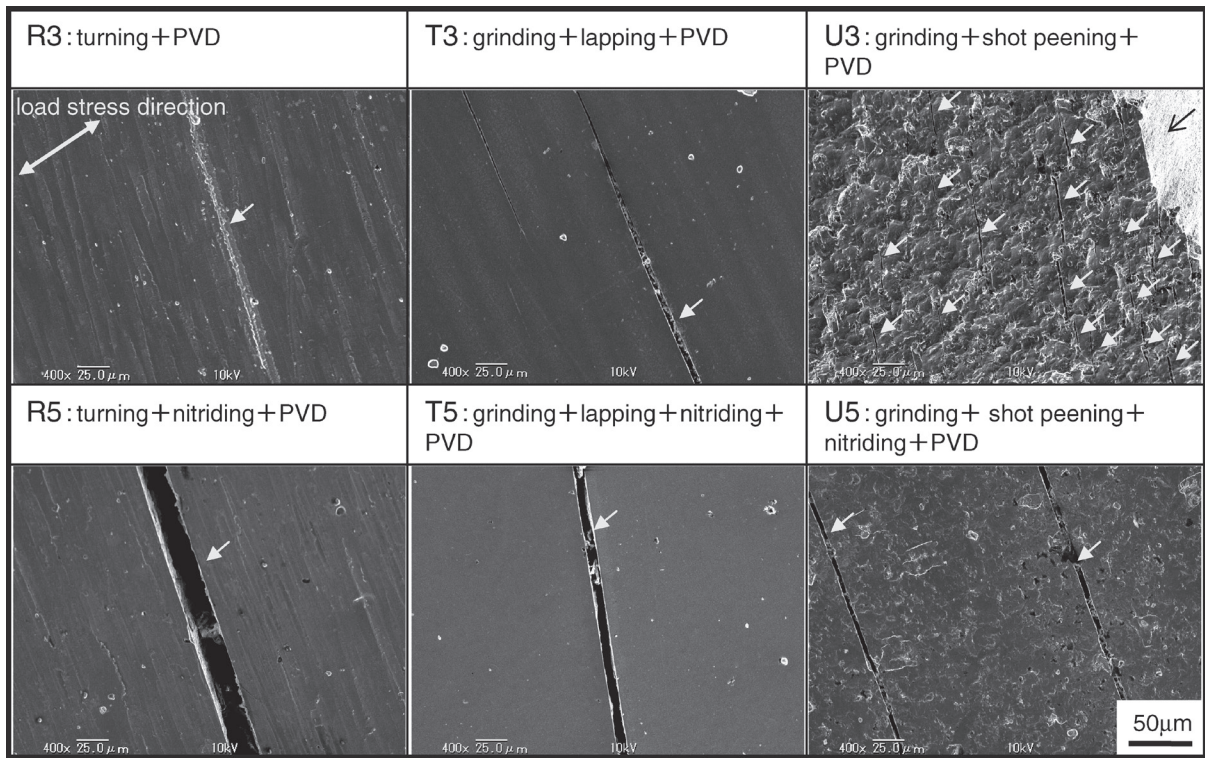
Fig.8. Comparison of fractured surface at 0.2 % proof strength × 0.9.

プはいずれも表面起点，切削+プラズマ窒化は内部起点で破壊に至っている．内部起点の起点部には，炭化物が観察されたことから，SKD61でもしばしば認められる²⁾未固溶晶出炭化物が起点として作用し，疲労破壊が生じたものと考えられる．このような炭化物が存在しなければ，切削+プラズマ窒化も他のプラズマ窒化を施した供試材と同様に 10^6 回以上の破断寿命になったものと考えられる．表面起点であった二つの供試材について，今回のSEM観察結果だけでは，硬質被膜から発生したき裂が起点になっているのか，硬質被膜直下の基材表面を起点として疲労破壊に至っているのかを明確に判別できる証拠を見つけることはできなかった．しかしながら，各供試材の破断寿命が基材の表面粗さや表面硬さ，残留応力に大きく影響を受けていることや，疲労破面の形態が試験片表面のある一点を中心に広がった後に不安定破壊に至っていることから，0.2%耐力の0.9倍の試験応力では，硬質被膜直下の基材表面からき裂が発生して破壊に至っていると考えられる．

Fig.9は0.2%耐力の1.1倍の応力で疲労試験した供試材の試験後の硬質被膜のSEM写真である．試験荷重の1530 MPaは，引張試験で全歪み3%を付与した時の荷重1600 MPaに比べると低い荷重であるにもかかわらず，

いずれの供試材にも疲労試験後には，負荷応力方向と垂直に硬質被膜にき裂が発生していることが確認される．これらのき裂の発生時期を確認するため，プラズマ窒化無処理材と処理材のそれぞれの破断寿命の平均値に対して，20%繰返し数（それぞれ1000回，120回）で試験を行い，硬質被膜のき裂発生有無を確認したところ，Fig.10に示すようなき裂の発生が確認された．これらのき裂は他の供試材でも同様に観察されることから，PVD処理による硬質被膜は静的な引張では非常に高い密着性を示していたが，基材に塑性変形が発生するような繰返し応力が負荷される疲労では，比較的容易にき裂が発生することが明らかになった．

プラズマ窒化処理材で見られるき裂は，大きく試験片平行部の円周全体に環状に伝ばしている．これはプラズマ窒化による硬化層の靱性が低く，試験片表面のある一点でき裂が発生した際，一気に円周全体にき裂が拡大して環状き裂になるためと考えられる．このような環状き裂は，表面仕上げ状態やショットピーニング処理の有無にかかわらず同様に発生している．一方，プラズマ窒化処理がされていない供試材では，き裂は円周全体に広がってはならず，円周の一部がき裂として開口している場合が多い．特にショットピーニング処理品では，



↙ Crack ↘ fractured surface

Fig.9. SEM observation of PVD coating surface at 0.2% proof strength $\times 1.1$.

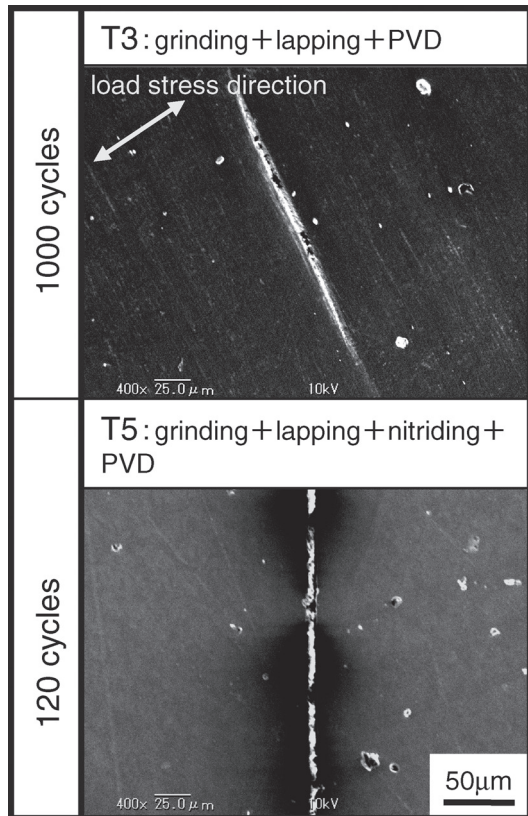


Fig.10. SEM observation of PVD coating surface after fatigue test at 20 % fatigue life.

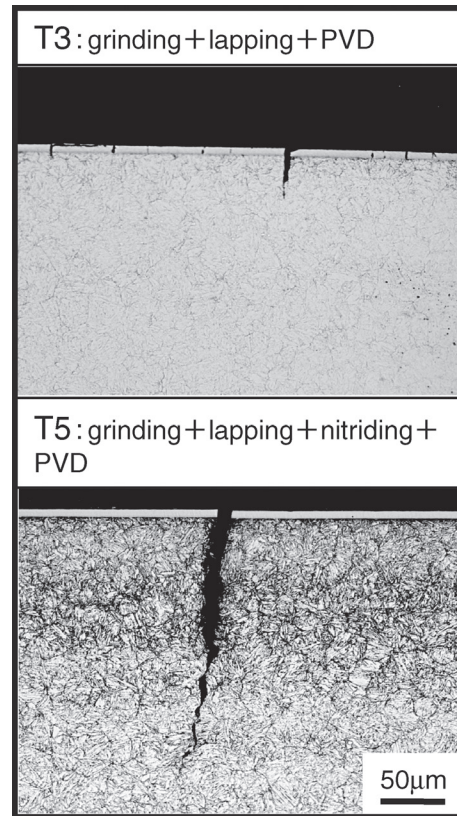


Fig.11. Optical microstructures of surface at 0.2 % proof strength $\times 1.1$.

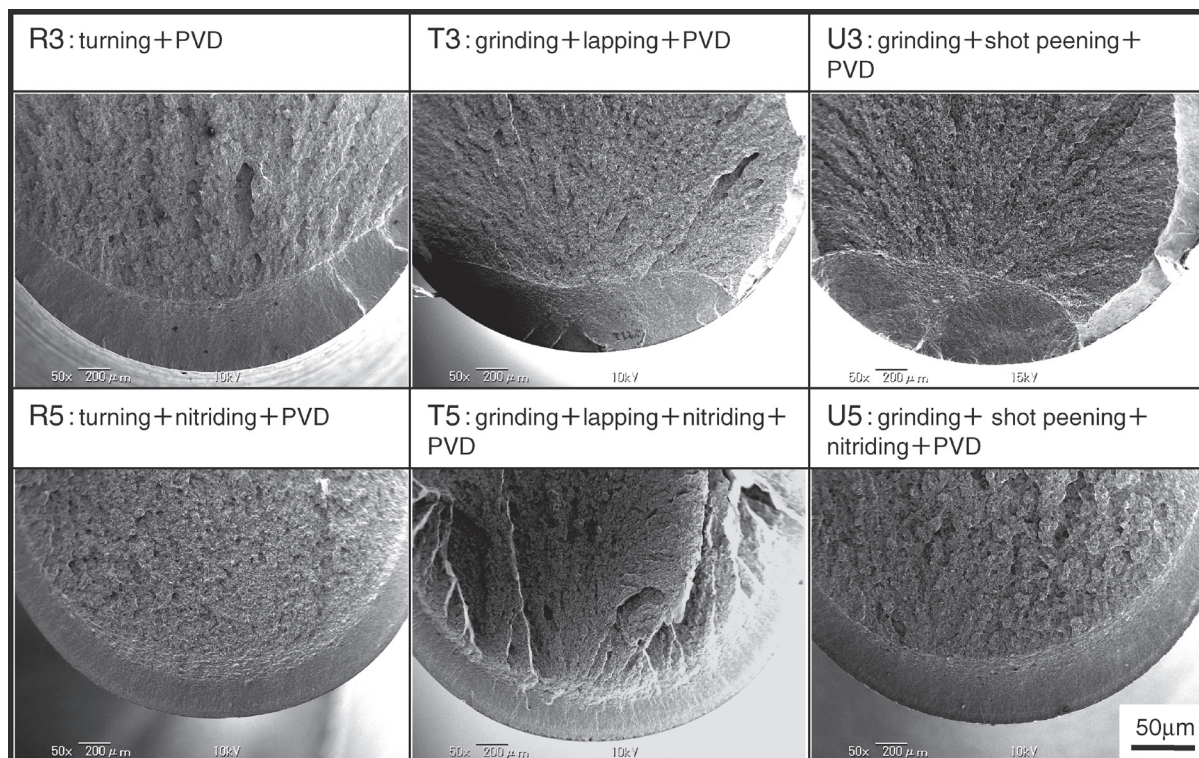
他の供試材に比べて短いき裂が多数発生する傾向にあった。これは、ショットピーニングによる凹凸を起点に多数のき裂が発生することと、き裂が多数発生することで表面の負荷応力が低下したため、き裂長さが短いものと考えられる。

Fig.11 は疲労試験後破断に至った供試材の断面組織を光学顕微鏡で観察したものである。SEM で硬質被膜を観察した結果と同様に、断面組織でも硬質被膜に多数き裂が発生していることが確認できる。また、発生したき裂には、基材に伝ばしているものとしていないものが観察された。このことから、0.2 % 耐力の 1.1 倍の試験応力の場合、疲労の初期に硬質被膜にき裂が発生し、これが基材に伝ばし破断に至ったと考えられる。

Fig.12 は 0.2 % 耐力の 1.1 倍で疲労試験した供試材の疲労破面を SEM で観察した結果である。前述したようにプラズマ窒化処理材は、環状の疲労き裂が観察され、疲労初期に窒化による硬化層が環状に割れて、そこから内部に疲労き裂が伝ばしている様子が確認できる。一方、プラズマ窒化無処理材では、試験片断面の円周全体に環状のき裂が発生しているのではなく、各供試材で長

さは異なるが、円周の一部に疲労き裂が発生した後に、疲労き裂が内部に伝ばしていることがわかる。これらの負荷応力およびプラズマ窒化の有無によるき裂進展挙動の差異を Fig.13 にまとめる。0.2 % 耐力の 0.9 倍で試験した破面は、試験片表面の一箇所から疲労き裂が伝ばしており、疲労破面と不安定破壊した破面の境界部が、試験片中心に向かって凸の円弧状を呈している。一方、0.2 % 耐力の 1.1 倍で試験した破面は、試験片断面円周の一部または全部を初期き裂として疲労破面が広がっているため、疲労破面と不安定破壊した破面の境界は試験片中心に向かって凹の円弧になる傾向にある。また、プラズマ窒化処理材では、表面で発生したき裂が直ちに窒化層全体に伝ばし、環状のき裂となり、その後試験片中心部に進展している。これらの破面形態の差異は、前述したように 0.9 倍では基材表面を起点として疲労き裂が発生するのに対して、1.1 倍では硬質被膜または硬質被膜と窒化による硬化層を起点として疲労破壊に至るとの推論を支持するものである。

これまでの結果から、実際の金型のように、負荷応力がそれほど高くなく耐力以下の場合には、プラズマ窒化

Fig.12. Comparison of fractured surface at 0.2 % proof strength $\times 1.1$.

による表面硬さの増加，ショットピーニングによる圧縮残留応力の付与，ラップによる表面粗さの低減が，基材の疲労強度を向上させ，硬質被膜にき裂が発生することを防止していると考えられる．すなわち，これらの処理により密着性の向上効果が期待できる．それに対して，実際の金型では寿命が極端に短くなるため，以下のような状況で使用されている例は少ないと考えられるが，金型の応力集中部などで耐力を超えるような高い応力が付与される場合には，ラップの効果は小さい．またショットピーニングも表面の微細な凹凸により硬質被膜に発生するき裂を微細化するが，型寿命を向上させる効果は小さい．プラズマ窒化は硬質被膜で発生した疲労の初期き裂を助長して，型寿命を低下させると考えられる．

4. まとめ

PVD 処理の前処理を変化させた供試材を用いて，最大全歪みで 3 % を付与する引張試験と基材の 0.2 % 耐力の 0.9, 1.1 倍で疲労試験を行った結果，以下の結論が得られた．

一般的な冷間ダイス鋼では，金型が大割れするような 3 % の全歪みを負荷しても，いずれの供試材も硬質被膜にき裂の発生は認められなかった．このことから，今回

調査した PVD 被膜は，非常に高い引張強度を有している．

負荷応力が基材の弾性変形領域での疲労試験では，試験後の破断部近傍を SEM 観察しても，PVD 被膜にき裂は認められない．疲労寿命は，切削仕上げに対し，ラップによりわずかに伸び，プラズマ窒化やショットピーニングにおいて大幅に伸びる結果が得られた．このことから，プラズマ窒化，ショットピーニング，ラップ処理が基材の疲労強度を向上させ，硬質被膜にき裂が発生することを防止していると考えられる．

負荷応力が基材の塑性変形領域での疲労試験では，試験後の破断部近傍には，PVD 被膜にき裂が発生していた．破面の形態観察から，硬質被膜または硬質被膜とプラズマ窒化による硬化層を起点として疲労破壊したと考えられる．疲労寿命は，プラズマ窒化品では著しく低下する．ショットピーニングやラップによる寿命改善効果も認められない．

本報告は，型技術協会・型寿命向上研究委員会 第 89 回型技術セミナー「金型の表面性状・改質による諸特性評価 ―金型の共同研究成果発表と表面処理・改質技術の特別講演―」（2009 年 3 月発行）に掲載されたものである．

(文献)

- 1) 尾崎公造: 電気製鋼, 76(2005), 249.
- 2) 井上幸一郎, 大藤孝, 市岡雄二, 荒木利彦: 電気製鋼, 76(2005), 287.

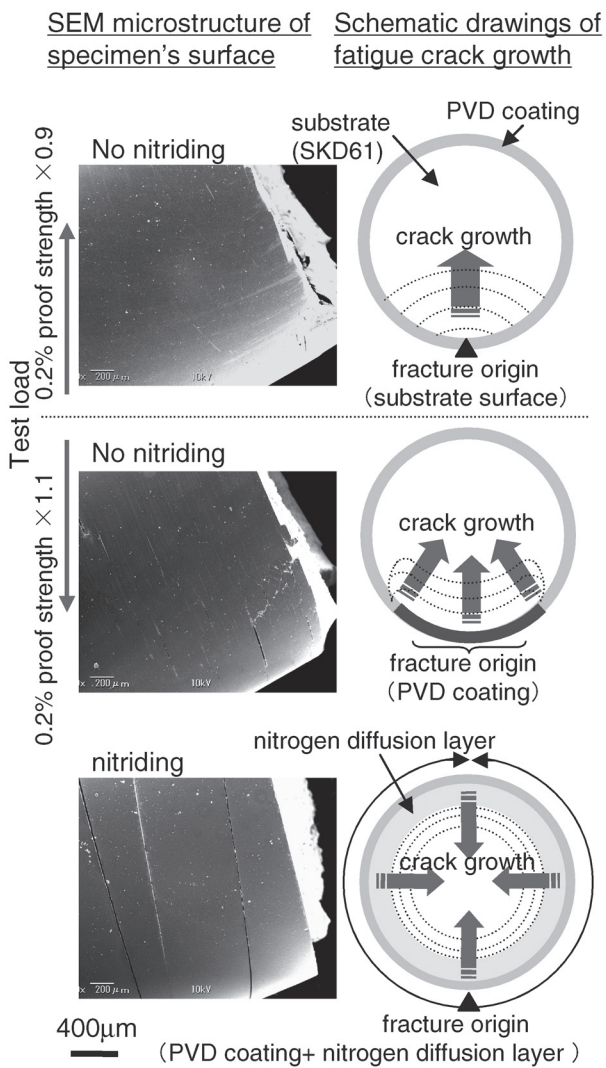


Fig.13. Schematic drawings of fatigue crack growth on surface treatment specimen.