平成21年度戦略的基盤技術高度化支援事業 「ナノ微粒超硬合金を用いた精密金型の開発」

研究開発成果等報告書

平成22年3月

委託者 関東経済産業局

委託先 財団法人金属系材料研究開発センター

第1章 研究開発の概要	• • •	1
1.1 研究開発の背景・研究目的および技術的目標	•••	1
1.1.1 研究開発の背景	•••	1
1.1.2 研究開発の目的		3
1.1.3 技術的目標	•••	3
1.2 研究体制	•••	5
1.2.1 研究組織および管理体制		5
1.2.2 研究員および管理員	•••	6
1.2.3 経理担当者および業務管理者の所属、氏名	•••	7
1.2.4 他からの指導・協力者	•••	8
1.3 平成 21 年度の成果概要	•••	9
1.3.1 ニアネットシェイプ成形加工技術の開発	•••	9
1.3.2 金型表面処理技術の開発	•••	10
1.3.3 試作金型の適用性検討	•••	10
1.4 当該プロジェクトの連絡窓口	•••	11
第2章 ニアネットシェイプ成形加工技術の開発	• • •	12
2.1 圧粉成形工程におけるニアネットシェイプ成形加工技術の開発	• • •	12
2.1.1 平成 20 年度までの成果	• • •	12
2.1.2 押出し成形による薄平帯板の開発	• • •	12
2.1.3 脱成形助剤プロセスの検討	• • •	20
2.1.4 ガラス非球面レンズ成形用金型用材料の合金設計の検討	• • •	23
2.2 高精度・高精密金型成形加工技術の開発	• • •	25
2.2.1 平成 20 年度までの成果および平成 21 年度の目標	• • •	25
2.2.2 昨年度(平成 20 年度)の実施事項の問題点および対策	• • •	25
2.2.3 チッピング寸法の最小化の検討	• • •	26
2.2.4 まとめ	• • •	35
第3章 金型表面処理技術の開発	•••	36
3.1 高密着性金型表面処理技術の開発	•••	36
3.1.1 はじめに	•••	36
3.1.2 試料および実験方法	•••	38
3.1.3 結果および考察	•••	39
3.1.4 試作金型実用評価(DLC 被膜のガラス成形用型への適用性評価)	• • •	39
3.1.5 まとめ	• • •	42

第4章 試作金型の適用性検討	··· 43
4.1 非球面レンズ成形用金型への適用性	··· 43
4.1.1 はじめに	··· 43
4.1.2 検討サンプル	··· 43
4.1.3 評価結果	··· 44
4.2 硬脆材料切断刃への適用性	··· 46
4.2.1 はじめに	··· 46
4.2.2 作製方法および結果	··· 46
4.3 インクジェット成形ピンの撥水機能溝成形	··· 49
4.3.1 はじめに	··· 49
4.3.2 作製方法および結果	··· 49
第5章 平成21年度成果の総括	••• 50
5.1 ニアネットシェイプ成形加工技術の開発	••• 50
5.1.1 圧粉成形工程におけるニアネットシェイプ成形加工技術の開発	••• 50
5.1.2 高精度・高精密金型成形加工技術の開発	••• 50
5.2 金型表面処理技術の開発	••• 50
5.2.1 高密着性金型表面処理技術の開発	••• 50
5.3 試作金型の適用性検討	··· 51
5.3.1 非球面レンズ成形用金型への適用性	··· 51
5.3.2 硬脆材料切断刃への適用性	··· 51
5.3.3 インクジェット成形ピンの撥水機能溝成形	··· 51
第6章 平成19~21年度の総括	· · · 52
6.1 ニアネットシェイプ成形加工技術の開発	· · · 52
6.1.1 圧粉成形工程におけるニアネットシェイプ成形加工技術の開発	··· 52
6.1.2 高精度・高精密金型成形加工技術の開発	••• 53
6.2 金型表面処理技術の開発	••• 53
6.2.1 高密着性金型表面処理技術の開発	••• 53
6.3 研究開発後の課題	53

第1章 研究開発の概要

1.1 研究開発の背景・研究目的及び技術的目標

1.1.1 研究開発の背景

(二)金型に関する技術事項

・金型に係る技術において達成すべき高度化目標 (2)情報家電に関する事項

・川下製造業者の抱える課題及びニーズ (ア)高精度化・微細化

・上記を踏まえた高度化目標 (ア)高精度化・微細化に対応した金型及び成形技術の開発

富士ダイス㈱は、世界で最微粒のWC平均粒度100nm(0.1µm)のナノ微粒超硬合金を 2006年に開発した。この粒度は、現在市販されている最も微細な超微粒超硬合金の平均粒 度0.5µmの1/5の値である。 両合金のSEM組織を図1.1.1に示す。 図に併示するように、ナ ノ微粒超硬合金の硬さは2300HV、抗折力(静的破壊強度)は4.3GPa(いずれも10%Co合 金)であり、超微粒超硬合金に比べてそれぞれ24%、13%高い。









(ブラザー工業(株)での試験結果)

開発したナノ微粒超硬合金製 パンチ(先端径 18mm)を用い て、75µm厚さのSUS304板に直 径20µmのディンプル(窪み)加工 試験をした時の、欠損に至るまで のショット数を図1.1.2に示す。欠 損寿命は、従来の1.5µm級の超 硬合金製のピンが5万ショット、超 微粒超硬合金製のピンが50万シ ョットであるのに対して、開発ナノ 微粒超硬合金製のピンが200万シ ョット以上であり著しく長かった。そ

して、ナノ微粒合金の欠損時のパンチ直径方向摩耗は約0.2μm以下であり、耐摩耗性が著し く優れた。 このような長寿命は、図1.1.3に合金の組織と摩耗などの概念図を示すように、ナノ微粒超硬 合金ではCo結合相の厚さが、従来の超微粒超硬合金に比べて約1/5であり極めて薄い(WC 粒子間隙が極めて小さい)ことにより、(1)被加工材が軟質のCo相と接触し難い、(2)このため、 Co相が摩耗・減肉し難い、(3)したがって、WC粒子のチッピング・脱落が起こり難い、すなわち 合金の摩耗が起こり難いこと、また、このため欠損しにくい、と考えている。

この他、ナノ微粒超硬合金は、超微粒超硬合金に比べWC粒子が脱落し難いことに起因して、研削、研摩加工をうまく行うことが出来ればシャープなエッジを出し易く、かつ工具使用時に、耐摩耗特性に優れることに起因してシャープなエッジを維持するという特徴がある。



図 1.1.3 従来超微粒超硬合金およびナノ超微粒超硬合金における耐摩耗性および シャープエッチ性の概念図

他方、金型加工産業においては、以下のような要求がある。例えば、ガラス非球面レンズの 成形においては、形状精度でナノメートルの要求がある。同金型は過酷な条件下で使用され 摩耗損傷が激しいことから、高精度を維持し得る高耐摩耗性金型が要求されている。さらに、 硬脆材料の切断において、摩耗によるバリの発生のない高耐摩耗性、刃の欠けが起こらない 高耐欠損性を有する金型が要求されている。これらの要求に対して、既述の特徴を持つ開発 ナノ微粒超硬合金は適合しうるものと考えられる。 1.1.2 研究開発の目的

上記ようにナノ微粒超硬合金は優れた特性を有するが、原料WC粉末が70nmと極小であることに起因して粉末の金型プレス成形時の側圧係数(=粉末中のプレス軸直角方向圧力/プレス圧力) が大きく、粉末と圧粉成形用金型壁との間での摩擦力が大きいために粉末の流動が抑制される。そ こで、圧粉成形が単純な円柱状しか出来ない等の問題に直面しているのが現状である。そのため に複雑な形状の金型の作製が困難なだけでなく、単純な形状の金型でも材料歩留まりが悪い。

本研究では、まず、ナノ微粒粉末を用いたニアネットシェイプ成形および焼結を可能とし、併せて ナノ微粒超硬合金に適した研削加工条件や表面処理技術を確立することにより、優れた特性を有す るナノ微粒超硬合金製精密金型の開発を行う。具体的には、インクジェットノズル成形用ピン金型、硬 脆材料切断刃、ガラス非球面レンズ成形用金型についての製造技術の開発を行う。

1.1.3 技術的目標

(1) ニアネットシェイプ成形加工技術の開発

ニアネットシェイプ成形加工では、以下の2点が特に重要である。

- (a) 粉末を混合した後に、成形助剤を均一に添加・混錬し、得られた混練物(コンパウンド)の押出成 形または金型プレス成形を行い、出来るだけ欠陥の無い成形体を作る。このためには、成形助剤 としては、混錬物の流動性、成形体の形状保持性、ならびに時工程の焼結における易蒸発性の 何れも可能とするものとする。
- (b) 成形助剤を、焼結の昇温時すなわち成形体が多孔質の状態の時に完全に蒸発除去した後に焼 結緻密化させ、出来るだけ欠陥が無い焼結体を作る。

ここで考慮しなければならないのは、ナノ微粒超硬合金は従来超硬合金に比べて、(i)用いる原料 WC 粉末が極めて微粒であることから、成形助剤は蒸発除去しにくいと予想されること、(ii)高硬度・ 低靭性であることに起因して、合金の機械的性質が、合金表面欠陥および合金内部のポアや Co プ ールなどの組織的欠陥などの応力集中の影響を極めて敏感に受けやすいことから、これらの欠陥の 寸法と量を従来値に比べてかなり低減する必要がある、ことなどである。

そこで、本加工技術の開発においては、ナノ微粒超硬合金の製造について、上記(a)および(b) の2つの要求を実現するため、下記の二つの課題を検討する。

- (イ) 成形助剤の種類、配合比および総添加量、混錬条件および押出条件、脱成形助剤のための加 熱条件および焼結条件を新たに探索する。
- (ロ) ナノ微粒超硬合金は高硬度・低靭性であることに起因して、研削工程において従来条件では合金表面に割れやチッピングなどを起こしやすいことを考慮して、それらの表面欠陥を生成させずに金型形状精度を確保できる最適研削・研磨条件を新たに探索する。
- 以上の通りであるので、平成21年度は、各課題について具体的には以下の内容を実施した。 圧粉成形工程におけるニアネットシェイプ成形加工技術の開発

平成 20 年度の成果を踏まえて、70mnWC原料粉末を用いて薄板の押出条件の最適化を図った。 また、焼結プロセス時の脱成形助剤条件を確立するために、押出し成形体の良否に及ぼす諸条件 の影響を定量に検討した。更に、ガラス非球面レンズ用金型としての適用性および硬脆材料切断刃への適用性を把握した。

(実施者:冨士ダイス(株)(財)金属系材料研究開発センター)

参考までに、合金特性のプロジェクト最終数値目標を記す。

・ビッカース硬さ 2300

·3 点曲げ強さ 4.5GPa

高精度・高精密金型成形加工技術の開発

上記のように、ナノ微粒超硬合金は高硬度・低靭性であることに起因して、研削工程において従来 条件では従来超硬合金に比べて割れやチッピングを起こしやすい。チッピング寸法を、超硬合金 WC 平均粒度程度にするために、更なる砥石種類等の検討を推し進めた。また、下記、最終目標を 達成するための成形加工を実施た。

(実施者:冨士ダイス㈱、ブラザー工業㈱、(財)金属系材料研究開発センター)

*但し、平成21年度は、ブラザー工業㈱への再委託はない。

参考までに、金型精度のプロジェクト最終数値目標を記す。

・ガラス非球面レンズ用金型として形状精度 ± 50nm 以下

・インクジェットノズル成形用ピンとして、 撥水機能溝(幅 100nm、 深さ 50nm)を形成

・硬脆材料用切断刃の刃先最大チッピング 100nm 以下

(2) 金型表面処理技術の開発

超硬合金に直接 DLC 被膜処理を施しても密着強度は確保できない。一般的には中間層を形成させるが、それらの組成、膜厚等の最適化、更には DLC の膜質の最適化が必要である。そこで、平成21 年度は以下の内容を実施した。

高密着性金型表面処理技術の開発

DKC 被膜中介在物の大幅な減少を図るため、成膜速度、反応ガスとイオンの流れなどの最適化 に取り組んだ。DLC 被膜密着強度は、超硬合金の WC 平均粒度が小さくなるほど増加する傾向にあ るが、ナノ微粒微粒超硬合金に対する介在物極微の DLC 被膜の密着強度を調査した。

(実施者:冨士ダイス(株)(財)金属系材料研究開発センター)

参考までに、表面処理技術のプロジェクト最終数値目標を記す。

・DLC 密着強度 100N

- 1.2 研究体制
- 1.2.1 研究組織および管理体制
- (1) 研究組織(全体)
 - 図 1.2.1 に研究組織を示す。



図 1.2.1 研究組織(全体)

(2) 管理体制

事業管理者

図 1.2.2 に事業管理者である財団法人金属系材料研究開発センターの管理体制を示す。



再委託先

図 1.2.3 に再委託先である冨士ダイス株式会社およびブラザー工業株式会社の管理体制を示す。

富士ダイス株式会社



ブラザー工業株式会社



*但し、平成21年度は、ブラザー工業㈱への再委託はない。

図 1.2.3 再委託先管理体制

1.2.2 研究員および管理員

(1) 【事業管理者】財団法人 金属系材料研究開発センター

研究員

氏名	所属·役職	実施内容
林 宏爾	非常勤特別研究員	ニアネットシェイプ、表面処理
木曾 徳義	非鉄材料研究部・加工グループ長	ニアネットシェイプ、表面処理

管理員

氏名	所属·役職	<u>実施内容</u>
木曾 徳義 (再)	非鉄材料研究部・加工グループ長	管理業務

(2)【再委託先】

富士ダイス株式会社

氏名	所属·役職	実施内容
寺田 修	理事研究開発部長	ニアネットシェイプ、表面処理
川上 優	研究開発部主查	ニアネットシェイプ、表面処理
鈴木 大	研究開発部主事	表面処理
伊藤 博郎	研究開発部主任	ニアネットシェイプ
太田 充	研究開発部主任	ニアネットシェイプ
菅野 早紀	研究開発部	ニアネットシェイプ
山本親慶	ダイヤ工具製造課長	ニアネットシェイプ
小原 純一	生産技術部	ニアネットシェイプ
ブラザー工業株式	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	

氏名	所属·役職	<u>実施内容</u>
青木 彦治	新事業企画推進部エグゼクティブエンジニア	ニアネットシェイプ

1.2.3 経理担当者および業務管理者の所属、氏名

(事業管理者)

財団法人 金属系材料研究開発センター

(経理担当者) 総務企画部会計課課長	ì	和正
--------------------	---	----

(業務管理者)	非鉄材料研究部加工Gグループ長	木曾	徳義
(再委託先)			

富士ダイス株式会社

(経理担当者)	財務業務部長		春田	善和
(業務管理者)	生産開発本部長	取締役	西嶋	守男

ブラザー工業株式会社

(経理担当者) 新事業企画推進部エグゼクティブエンジニア 青木 彦治

(業務管理者) 新事業企画推進部エグゼクティブエンジニア 青木 彦治

- 1.2.4 他からの指導·協力者
- (1) 精密加工技術開発委員会

実用化を目指した開発と研究機器設備の購入・整備を遅滞なく進め、プロジェクトの円滑な運営が 行えるように努め、開発目標の早期達成に向けて研究開発の迅速化を図っていくとともに、その資料 の作成および、参画企業を訪問し、問題点・意見の調整を行った。また「精密加工技術開発委員会」 を設置して、総括研究代表者の意向を踏まえた進捗管理、研究課題検討、本研究に関連した文献等 の調査を含め、成果のとりまとめ等を進めた。精密加工委員会の委員は表 1.2.4 とし、今年度は上記 委員会を3回開催した。

【実施者:(財)金属系材料研究開発センター】

所在地

事業管理者

財団法人 金属系材料研究開発センター

(最寄り駅:東日本旅客鉄道 東海道線、京浜東北線または山の手線 新橋駅)

〒105-0003 東京都港区西新橋1丁目5番11号 第11東洋海事ビル6階 研究実施場所

富士ダイス株式会社 秦野工場(最寄り駅:小田急線小田原線 渋沢駅)

〒257-0015 神奈川県秦野市平沢36-1

|冨士ダイス株式会社||本社(最寄り駅:東京急行||多摩川線||武蔵新田駅)|

〒146-0092 東京都大田区下丸子2丁目17番10号

ブラザー工業株式会社 技術開発センター(最寄り駅:名古屋鉄道 名古屋本線 堀田駅) 〒457-0822 愛知県名古屋市瑞穂区苗代町2-1

財団法人 金属系材料研究開発センター

(最寄り駅:東日本旅客鉄道 東海道線、京浜東北線または山の手線 新橋駅)

〒105-0003 東京都港区西新橋1丁目5番11号 第11東洋海事ビル6階(再掲)

氏名	所属·役職	備考
小紫 正樹	財団法人金属系材料研究開発センター専務理事	
林 宏爾	財団法人金属系材料研究開発センター非常勤特別研究員	SL [委員]
高杉 隆幸	大阪府立大学大学院工学研究科教授	アドバイザー
木内 学	木内研究室代表 東京大学名誉教授	委員委嘱(謝金有)
千明 俊司	オリンパス株式会社生産技術本部先進試作部GL	委員委嘱
川村 英司	オリンパス株式会社生産技術本部コアプロセス技術部GL	委員委嘱
本木 敏彦	株式会社ファインテック社長	委員委嘱
青木 彦治	ブラザー工業株式会社新事業企画推進部エグゼクティブエンジニア	
西嶋 守男	富士ダイス株式会社取締役生産開発本部長	
寺田 修	富士ダイス株式会社理事研究開発部長	PL
川上 優	富士ダイス株式会社研究開発部主査	[委員]
鈴木 大	富士ダイス株式会社研究開発部主事	[委員]
伊藤 博郎	富士ダイス株式会社研究開発部主任	[委員]
太田 充	富士ダイス株式会社研究開発部主任	[委員]
菅野 早紀	富士ダイス株式会社研究開発部	[委員]
山本 親慶	富士ダイス株式会社ダイヤ工具製造課長	[委員]
小原 純一	富士ダイス株式会社生産技術部	[委員]
木曾 徳義	財団法人金属系材料研究開発センター非鉄材料研究部	[委員]

表 1.2.4 精密加工技術開発委員会委員

上記委員会委員の[委員]は、労務費発生対象者を示す。

1.3 平成21年度の成果概要

1.3.1 ニアネット成形加工技術の開発

(1) 圧粉成形工程におけるニアネットシェイプ成形加工技術の開発

(a) 押出し成形によるナノ微粒超硬合金製薄平帯板の開発

50t大型の押出し機による薄平帯板の押出し条件、脱成形助剤条件および焼結条件を検討し、以下の諸結果を得た。

(イ) WC-10%Co ナノ微粒超硬合金において、成形助剤 P1 および P2 を添加後に篩処理を施すことにより、成形助剤の偏析部分を取り除き、押出し成形の歩留まりを 43%から 70%に向上させた。

(ロ) 上記に加えて、押出し成形前に混錬物を与圧することによって、混錬物密度の均一化を計り、 押出し成形の歩留まりをさらに向上させて、86%とした。

(ハ) 上記の押出し成形体を焼結し、ポアや Co プールがなく、金型プレス成形体と同程度に健全な 焼結体を得ることに成功した。

(二) WC-20%Co および WC-30%Co ナノ 微粒超硬合金においても、 押出し歩留まり 86%を得ることに成功した。

(ホ) 上記の WC-20%Co ナノ 微粒超硬合金について、 ポアや Co プールのない 合金組織を得ること ができた。

(b) 脱成形助剤プロセスの検討

(イ) 成形助剤添加プレス焼結体の、所定の加熱温度における重量減少速度は、成形助剤のみの場合に比べて大きいことが分かった。

(口) 重量減曲線は圧粉体の設置方法によっても大きく異なることが確認された。

(ハ) 本プロジェクトで作製した押出し成形体の脱成形助剤時間は、1~2h で良いと考えられた。

(c) ガラス非球面レンズ成形用材料の合金設計の検討

(イ) Cr₃C₂量を増加させることにより耐酸化性を改善させた 0.1 ~ 0.2μm 粒度の擬バインダレスナノ微 粒超硬合金の開発に成功した。

(ロ) 従来材料の t 系バインダレス合金の微粒化を検討し、0.2µm 粒度級ナノ粒バインダレス超硬 合金の開発に成功した。

(2) 高精度高精密金型成形加工技術の開発

本研究では開発超微粒合金(WC平均粒度0.3µmおよび0.1µm)について研削試験を行い、ワー クピースのチッピングが最小となる条件を探索した。以下に得られた結果を示す。

(a) 0.3µm 粒度のナノ微粒超硬合金に ELID 研削#6,000 を適用することにより、チッピング寸法を
 WC 平均粒度以下の 0.3µm 以下とすることができた。

 (b) 0.1µm 粒度の WC-20%Co ナノ微粒超硬合金に ELID 研削#6000 を行い、目標チッピング寸 法である 0.1µm 以下をほぼ達成した。

1.3.2 金型表面処理技術の開発

(1) 高密着性金型表面処理技術の開発

平成 20 年度までに確立した技術を用い、開発 DLC 被膜のガラス非球面レンズ成形用金型に対する適用性を評価し、以下のことが分かった。

(a) DLC 膜厚が1~2µmでは、600 まで温度を上昇させると、DLC 被膜/基材間で剥離が発生することが分かった。これは DLC 被膜/基材間の熱膨張差に起因していると考えられた。
(b) DLC 膜厚を 0.6µm と薄くすることにより、成形使用温度(600)で剥離せず、耐えうることが分かった。

1.3.3 試作金型の適用性検討

(1) ガラス非球面レンズ成形用金型について、開発したCr₃C₂系ナノ微粒擬バインダレス超
硬合金および t系ナノ微粒バインダレス合金の精密加工性、コーティング性および型適用
性の外部評価を行い、何れの試作材料においても従来材料の同等以上の評価を得た。
(2) 硬脆材料切断刃について、Co量を変化させたナノ微粒超硬合金の加工性の外部評価
を行い、10%Coおよび20%Co合金で、チッピング寸法0.1µm以下を達成した。

(3) インクジェット成形ピンについて、撥水機能溝成形のための溝加工テストを行った。

1.4 当該プロジェクトの連絡窓口

事業管理者、連絡担当者、総括研究代表者等及びそれぞれの連絡先を表1.4.1、表1.4.2 に示す。

表 1.4.1 事業管理者

住所:〒105-0003 東京都港区西新橋1丁目5番11号 第11 東洋海事ビル 6 階									
名称:財団法人金属系材料研究開発センター									
代表者役職,氏名:理事長 二村 文友 印									
連絡先:03-3592-1282									
Tel:03-3592-1282 Fax:03-3592-1285									
E-mail:nkiso@blue.ocn.ne.jp									

(フリガナ): テラダ オサム(フリガナ): ハヤシ コウジ氏名: 寺田 修氏名: 林 宏爾所属組織名: 冨士ダイス株)所属組織名: (財)金属系材料研究開発センター所属役職: 理事研究開発部長所属役職: 非常勤特別研究員Tel: 0463-82-0959 Fax: 0463-83-0263Tel: 03-3592-1282 Fax: 03-3592-1285E-mail: terada.0755@fujidie.co.jpE-mail: khayashi@vanilla.ocn.ne.jp

表 1.4.2 総括研究代表者、副総括研究代表者

第2章 ニアネットシェイプ成形加工技術の開発

2.1 圧粉成形工程におけるニアネットシェイプ成形加工技術の開発

2.1.1 平成 20 年度までの成果

圧粉工程におけるニアネットシェイプ成形加工技術開発としては、インクジェット成形用ピン、 硬脆材料切断刃およびガラス非球面レンズ成形用金型の素材として、押出し成形加工により 小径長尺丸棒および薄平帯板、2 段プレス成形により2 段外径圧粉体の成形技術開発を行 ってきた。平成20年度までに、正常な形状と合金組織を有する小径長尺丸棒および2 段外 径圧粉体の高歩留まり成形技術を開発することに成功した。しかしながら、薄平帯板について は、押出し成形時に曲がりや割れが発生し、焼結後の組織においても Co プールが散見され る組織となっていた。そこで、平成21年度は健全な形状と合金組織を持つ薄平帯板の押出 し成形技術の確立を試みた。

2.1.2 押出し成形による薄平帯板の開発

平成 21 年度は、平成 20 年度までに確立した小径長尺丸棒での押出しテスト結果を参考にして、 まず表 2.1.1 に示す合金種および成形助剤添加量の混錬物について、図 2.1.1 に示す押出し条件 下において、断面が 21.5 × 3.25mm の薄平帯板の押出しを行った。



表 2.1.1 押出し成形を行った合金種およびその成形助剤の種類と総添加量

表 2.1.2 に 21.5 × 3.25 × 300mm 薄平帯板について、21 本の押出し成形体を作製した時の曲が りや割れの状況を、表 2.1.3 にその時の歩留まりを示す。押出し成形中に成形体が左または右に曲 がり、曲がりが大きな場合には割れも生じた。押出し歩留りは 45%と低かった。これらの曲がりや割れ が生じる原因としては、混錬物中の成形助剤の不均質分散、4種の成形助剤の内 P1 および P2 が偏 析していたこと、または混錬物の相対密度が均一になっていないために、成形時に混錬物と/ズル

成形体の曲がりや割れの発生状況(:正常、 :曲がり、×:割れ)																					
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
						×				×						×	×	×	×	×	×

表 2.1.2 薄平帯板を押出し成形した場合の曲がりや割れの発生状況

表 2.1.3 薄平帯板を押出し成形した場合の歩留まり

ſ	F製条件				作專	結果		
合金 WC 粒度	Co 量	真空脱気	作製数	成功数	失敗数		歩留り(%)	
(μm)	(mass%)	の有無	(枚)	(枚)	(枚)	押出し	焼結	合計
0.1	10	有	21	9	12	45	約90	40

まず、成形助剤 P1 および P2 の偏析を除去する目的で、WC+Co 混合粉末に P1 および P2 の混 合した後に乾式篩(目開き: 106µm)処理を試みた。表 2.1.4 に篩処理を行った場合の曲がりや割れ の発生状況を、表 2.1.5 に押出しと焼結の歩留まりを示す(新載データを太字で、再載データを細字 で示す、以下同様)。P1 および P2 添加後の粉末を乾式篩処理する事により、成形中の割れおよび 曲がりが減少し、押出し歩留りは 70%に向上した。これにより完成粉末と P1 および P2 添加後の粉 末を乾式篩処理することは効果があることがわかった。しかし、押出しの後半になると成形体が割れ を生じる確率が高かくなった。

改美	ショット数ごとの成形体の曲がりや割れの発生状況(:正常、 :曲がり、×:割れ)																				
曹点	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
無						×				×						×	×	×	×	×	×
篩								×		×									×	×	×

表 2.1.4 薄平帯板成形体の曲がりや割れの発生状況に及ぼす乾式篩処理の効果

太字:新載データ、細字:再載データ

表 2.1.5 薄平帯板の歩留まりに及ぼす乾式篩処理の効果

改		作製条	件				作製	結果		
善占	合金 WC	Co 量	綷	真空	作製数	成功数	失敗数		歩留り(%)	
点	粒度(µm)	(mass%)	臣中	脱気	(枚)	(枚)	(枚)	押出し	焼結	合計
無	0.1	10	無	有	21	9	12	45	約90	40
篩	0.1	10	有	有	21	14	7	70	約 90	63

太字:新載データ、細字:再載データ

押出し成形の後半で成形体の割れが多くなる原因として、成形助剤の一つとして添加している助 剤 H が時間とともに揮発し、成形助剤が減少して混錬物の流動性が劣化したことが大きな要因と思 われた。また、その他の改善策として、押出し成形前に混錬物を与圧し、予め圧粉密度を上げ空洞を なくし相対密度を均一にしておくことが曲がりの防止につながると予想された。そこで、押出し機へ混 錬物を充填、混錬物中の空気を脱気した後、装置内での混錬物を与圧し、その後は、真空脱気を行 わないで押出し成形を試みた。表 2.1.6 にその時の混錬物に与圧を施した場合の薄平帯板の成形 順序と成形状態を、表 2.1.7 にその時の歩留まりを示す。推察通り、押出し成形の成形体の曲がりが 大幅に抑制され、比較的まっすぐな成形体を得ることができた。その結果、押出し歩留りは 86%に達 した。

改	善		2274		بلا ت	சு	エンイオ	ጠ	- 5(1)-	ま	ኯጣ	彩件	·\+`C] (ᆔᇉ	÷	·н	h -51	1	し、宇	ilth \	
	与		/=:	/ ' x x		אנוענ	ハントや	う国	11.0	(2日)	1 600	九工	1////	L (7	. P	щ/ј.,		入 ,古	91 6)	
篩	圧	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
嶣	無						×				×						×	×	×	×	×	×
有	無								×		×									×	×	×
有	有			×						×								×				

表 2.1.6 薄平帯板成形体の曲がりや割れの発生状況に及ぼす混錬物与圧処理の効果

太字:新載データ、細字:再載データ

改	善		,	作製条件					作製	結果		
谾	山	合金 WC	VC Co量 篩		нц	真空	作製	成功	失敗		歩留り(%))
臣中	圧	粒度(µm)	(mass%)	昛	「一」上	脱気	数(枚)	数(枚)	数(枚)	押出し	焼結	合計
無	無	0.1	10	無	無	有	21	9	12	45	約90	40
有	無	0.1	10	有	無	有	21	14	7	70	約90	63
有	有	0.1	10	有	有	集	21	18	3	86	約90	77

表 2.1.7 薄平帯板成形体の歩留まりに及ぼす混錬物与圧処理の効果

太字:新載データ、細字:再載データ

図 2.1.2 に薄平帯板成形体の外観例を示す。成形体は比較的直線状であり、また成形体のエッジ 部および表面にはクラック等もなく比較的良好な成形体を得ることができた。図 2.1.3 に 1350 で焼 結後の焼結体外観を示す。焼結後によって曲がりや反りを生じることなく、また表面状態もよく良好な 焼結体を得ることができた。



図 2.1.2 押出し成形体の外観例



図 2.1.3 押出し焼結体の外観例

図 2.1.4、図 2.1.5 および図 2.1.6 に、それぞれ焼結体の長さ、幅、厚さ方向に垂直な断面の側面 近傍と中央付近の合金組織写真(×100)を示す。何れの場所においてもポア、Co プール等の組織 的欠陥は確認されず、良好な合金組織であった。図 2.1.7 に研磨・食刻面の光学顕微鏡組織と破断 面の SEM 組織の観察例を金型プレス成形で作製した合金と比較して示す。前者の組織は後者と同 等であった。





(**× 100**)





図 2.1.7 押出し成形・焼結体(0.1µmWC-10%Co)の研磨・食刻面および破断面の合金組織例と 破断面の SEM 組織例

以上のように WC 平均粒度 0.1µm の WC-10%Co については、薄平帯板の押出し成形が可能と なった。本プロジェクトでは、最終製品に掲げている硬脆材料切断刃において、刃先のチッピングが 0.1µm 以下であることを目標としている。刃先のチッピングの大きさや量は、合金素材の破壊靭性値 などによって変化する。従って、これらの大きさと量は、破壊靭性値とほぼ正の相関がる Co 量によっ て変化すると推察された。そこで、WC 粒度が 0.1µm の合金について、Co 量が 20%および 30%と した薄平帯板の作製を試みた。ここで、30%Co のものは金型プレス成形でも通常生産されていない ものであるが、今回新たに試みた。混錬と押出しの条件については、10%Co 合金に浮いて良好なも のと同様とした。

表 2.1.8 および表 2.1.9 に 20%Co 合金用粉末および 30%Co 粉末の押出し成形の結果を、上記の 10%Co の結果と共に示す。20 および 30%Co 合金用粉末共、10%Co 合金の場合と同様に押出し成形が可能であった。押出し歩留りは、10%Co 合金用粉末と同様に 86%であった。図 2.1.8 に20%Co および 30%Co 焼結体の外観を、図 2.1.9 に研磨・食刻面の光学顕微鏡組織例および破断面の SEM 組織例を示す。20%Co 合金は、ポアおよび Co プールが無く、正常な合金組織であった。しかし、30%Co 合金は、一般的な Co 量の域を超えているため、Co プールが散見される組織となった。これは、Co 量が過多なためであると考えられた。

Co 量		ショッ	ト数	ごと	の成	形体	の曲	がり	や割	れの	発生	状汤	2(:正常	常、	: 6	曲が)、	×∶害]れ)	
mass%	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
10%			×						×								×				
20%	×																×				
30%																	×				

表 2.1.8 Co 量を 20%および 30%とした場合の薄平帯板成形体の曲がりや割れの発生状況

太字:新載データ、細字:再載データ

		作製条件					作製	結果		
平均 WC	Co 量	綷	Ц	真空	作製	成功	失敗		歩留り(%))
粒度(µm)	(mass%)	臣中	「二」	脱気	数(枚)	数(枚)	数(枚)	押出し	焼結	合計
0.1	10	有	有	無	21	18	3	86	約90	77
0.1	20	有	有	集	21	18	3	86	約90	77
0.1	30	有	有	集	21	18	3	86	約90	77

表 2.1.9 Co 量を 20%および 30%とした場合の薄平帯板成形体の押出しと焼結の歩留まり

太字:新載データ、細字:再載データ





図 2.1.8 WC 平均粒度 0.1µm の 20%Co および 30%Co 合金の押出し成形・焼結体の合金組織例 と破断面の SEM 組織例

2.1.3 脱成形助剤プロセスの検討

本プロジェクトでは、圧粉成形工程においてニアネットシェイプ成形加工を実現するため、成形助 剤を多量に添加している。その成形助剤は、焼結工程時に蒸発させて取り除くが、その脱成形助剤 条件は経験的に決められている部分が多い。そこで、定量的な脱成形助剤条件の検討を行った。表 2.1.10に本プロジェクトで使用した4種の成形助剤の融点および沸点を、図2.1.9に助剤P1の蒸気 圧-温度曲線を示す。これらのデータをもとに、脱成形助剤温度は350 とし、脱成形助剤プロセスの 検討を行った。

成形助剤種	融点()	沸点()	比重
P1	56	410	0.90
P2	51	390	0.90
С	178	209	0.99
Н	-90	98	0.68

表 2.1.10 本プロジェクトで使用した 4 種の成形助剤の融点および沸点



まず、成形助剤 P1 のみ、P2 のみ、P1 と P2 とを混合したものの蒸発速度を調査した。図 2.1.10 に P1 および P2 の 350 保持における重量減の測定結果を示す。なお、成形助剤の充填重量は実 際の圧粉体 10~20g に含まれる重量を考慮して 0.65g~1.3gとし、金属製容器に充填して実験を行 った。沸点の高い P1 が多いほど重量減が遅くなる傾向となった。また、充填重量が多いほど、重量 減は当然のことながら速い傾向となった。そして、何れの場合でも成形助剤が完全に蒸発するまでの 350 の保持時間は 4 時間以上必要であった。



図 2.1.10 350 保持における成形助剤 P1 および P2 の重量減の測定結果

図 2.1.11 には、0.65g および 1.3g の成形助剤のみの場合とこれらの量の成形助剤を WC-Co 粉 末と混ぜたそれぞれ 10g と 20g のプレス成形体(圧粉体)の場合の成形助剤の重量減曲線を示す。 同じ成形助剤量の場合でも、圧粉体となると重量減が速くなる結果となった。これは、成形助剤のみ の場合、350 では全てが液体となっており、この液体の雰囲気中へ蒸発可能な表面積が容器の開 口部の 29.5 部分のみであるのに対し、圧粉体では WC+Co 粉末がスケルトンを組んでおり、多孔 質であるため表面積が増大したことによると考えられた。



図 2.1.11 成形助剤のみの場合とプレス成形体とした場合の成形助剤の重量減曲線

脱成形助剤速度は、上記のように雰囲気と接している圧粉体の表面積によって変化すると推察されたので、圧粉体の設置状況を変化させて重量減曲線を調査した。図 2.1.12 にその測定結果を示すように、ほぼ推察通りの結果が得られた。すなわち、重量減速度は、圧粉体が容器などに入っていると遅くなり、設置下面との接触を少なくすると速くなる傾向を示した。押出し成形により作製した長尺小径丸棒および薄平帯板は、設置下面より少し浮かせた状態で設置されており、脱成形助剤時間は1~2hとしているが、今回の結果から、現状の時間で問題ないと判断された。



図 2.1.13 に成形助剤の重量減曲線に及ぼす圧粉体厚さの影響を示す。脱成形助剤がほぼ完了 する時間は、圧粉体の厚さにほぼ比例して増大した。



2.1.4 ガラス非球面レンズ成形用金型用材料の合金設計の検討

非球面レンズ成形用型の素材には、精密加工性、コーティング性、耐酸化性などが要求される。現 在、その素材には、一般的にWC平均粒度が約1.5µmのバインダレス超硬合金が使用されている。 本プロジェクトにおいては、平成20年度の研究に0.2~0.3µmの擬バインダレス超硬合金の開発に 成功し、外部機関による金型評価を受けた。その結果、精密加工性の評価は高かったが、加熱テスト において、従来のバインダレス合金程の評価は得られなかった。そこで、本年度は、加熱による表面 劣化の改善を目標に合金開発に取り組んだ。昨年度開発材料の合金CをベースにCr₃C₂量を増加 させた合金EおよびF(何れもCr₃C₂系擬バインダレス超硬合金)、従来材料である合金Dをベース にナノ微粒化を試みた合金H(t系バインダレス超硬合金)の開発に成功した。

図2.1.14に開発した合金EおよびFおよび合金Hの破断面のSEM組織例を示す。参考として、 昨年度(平成 20 年度)に開発した擬バインダレス超硬合金(合金 C)も示した。本年度開発材料は、昨 年度開発材料に比べて WC 平均粒度が細かい合金となった。これは、耐酸化性改善のため、Cr3C2 の添加量を増加させたことにより、粒成長が抑制されたものと考えられる。



図 2.1.14 合金 E、F、H(今年度材料)および合金 C(昨年度材料)の破断面の SEM 組織例

表2.1.11 に昨年度材料および今年度材料の合金特性値を示す。WC 平均粒度が小さくなったこと により、昨年度試料に比べて硬さが増加した。また、Cr3C2 およびその他添加物の添加量を増加させ たことにより、熱膨張係数が増加、比重が減少する傾向となった。熱伝導率も減少したが、これは、添 加物量が多いことと、WC 平均粒度が小さくなったことの両方の影響を受けていると考えられた。

本年度は、これらの合金 E、F、H について、合金 C および合金 D と比較して、金型としての評価 を行った。その結果については、第4章に記述する。

	₽₽	式 20 年度材	才米斗	従来材料	平	式 21 年度核	才米斗
	А	A B C			E	F	Н
粒度	1.0	0.3	0.2	1.5	0.2	0.1	0.2
Cr ₃ C ₂ 量	0	0.5	1.0	0	1.5	3.0	1.5
他添加物	3.5	3.5	3.5	0	3.5	3.5	5
硬さ	1960	2500	2600	2000	2700	2700	2500
熱肺況長係数 (RT-673)	4.3	4.4	4.5	4.6	4.6	4.8	4.8
比重	15.52	15.47	15.39	14.65	15.19	14.68	14.27
熱伝導率	74	46	41	63	31	23	26

表 2.1.11 昨年度(平成 20 年度)材料および今年度(平成 21 年度)材料の合金特性値

2.2 高精度・高精密金型成形加工技術の開発

2.2.1 平成 20 年度までの成果および平成 21 年度の目標

本研究ではナノ微粒超硬合金(合金の WC 平均粒度:0.1µm)の最適な研削加工条件を得るため に、ダイヤモンド砥石を用いた研削試験および評価方法を検討した。本研究の高精度・高精密金型 成形加工技術の開発での実施内容は、(1)粗加工・仕上げ加工時の砥石種類及び番手の最適化の 検討、(2)粗加工・仕上げ加工1パスあたりの研削量の最適化の検討、(3)粗加工・仕上げ加工時の研 削速度の最適化の検討、(4)チッピングと表面粗さの計測技術の検討、以上の4つである。昨年度(平 成 20 年 4 月 ~ 平成 21 年 3 月)は、ナノ微粒合金の研削条件を検討する前に、超微粒合金(WC 平 均粒度 0.3µm 以上)でチッピング寸法を最小とするため研削試験を行った。昨年度の実績としてチッ ピング寸法の目標値 0.3µm 以下に対して最大チッピング寸法は深さ 4µm、幅 8µm しか実現できな かった。本年度(平成 21 年 4 月 ~ 平成 22 年 3 月)は、(a)超微粒合金(WC 平均粒度 0.3µm 以上) でチッピング寸法を 0.3µm 以下とすること。(b)ナノ微粒超硬合金(合金の WC 平均粒度:0.1µm) でチッピング寸法を 0.1µm 以下とすることを目標として、研削試験を実施した。

2.2.2 昨年度(平成 20 年度)の実施事項の問題点および対策

上記のように、昨年度の実績としてチッピング寸法の目標値 0.3µm 以下に対して最大チッピング 寸法は深さ4µm、幅8µm であり、目標値を大幅に下回った。そこで、チッピング寸法を減少させる為、 まずチッピングのメカニズムを考察した。チッピングは図 2.2.1 に示すようにダイヤモンド砥粒がワー クを加工する際にコーナー部分に微小クラックが発生し、その周辺部分が脱落することが原因である。 ダイヤモンド砥粒がワークを研削除去(繰り返して極小研削クラックが発生・伝播)する時、ダイヤモン ド砥粒がワークに与える衝撃力は、砥石の入口側コーナー部が、出口側コーナー部、両側面コーナ ー部および平坦部に比べて大きくなる。また研削除去する箇所への周辺部の拘束力は、砥石出口 側で最も弱く、両側面コーナー部、入口側コーナー部、平坦部の順に大きくなる。これらの相乗効果 により、チッピングは砥石出入り口側で最も生じやすく、平坦部では最も生じにくいと推察された。チ ッピングを減らす対策として、仕上げ研削時において、

衝撃力を低減するため、振動がない環境下において、機械精度が良くて微細切り込み量制御が 可能な研削盤で実施すること。

衝撃力を小さくするために超微砥粒砥石による研削が必要である(#4,000以上はELID研削法が 必須)。

研削面に隣接する側面 4 面の表面粗さが大きい場合や、研削ダメージが残っている場合はそれ が原因でチッピングが生じるので、側面 4 面も研削面と同等な表面精度にすることが必要である。

スパーアウトを繰り返し行うことにより、研削盤、砥石、被加工材の弾性変形を徐々に復元させ、実 質切り込み量を順次減少すること。

以上の 4 点を適用することにより、チッピング寸法を WC 平均粒度並みのものとする事が可能と考える。

25



図 2.2.1 チッピングのメカニズムを説明するための概念図

チッピング寸法を減少させるため、加工機は1回の最小切り込み単位を0.1µmとするナガセイン テグレックス(株)のEPG-52を使用し、1回の切り込み量を1µm以下で実施する。砥石は#6,000の 高番手としELID研削加工とする。

2.2.3 チッピング寸法の最小化の検討

 (1) 昨年度評価試料(WC 平均粒度 0.3µm、8%Co 超硬合金)への ELID 研削法#6,000 の適用 WC 平均粒度 0.3µm の 8%Co 超硬合金試片(冨士ダイス製 品名:TFS06)(100×60×10mm)
 の全面をレジンボンド#140 により研削した後、側面 4 面と上面を、ELID 研削法(#6,000 最終番手)

を行い、図 2.2.1 に示す通りの研削方向で表 2.2.1 に示す砥石仕様、表 2.2.2 の条件で研削試験を 実施した。



図 2.2.2 ワークピースの研削方向

26

砥石番手	型式	寸法 D×U×X×T×J×H (mm)	ボンドタイプ	集中度
#140	3A1-200	$200\mathrm{D}\times10\mathrm{U}\times3\mathrm{X}\times15\mathrm{T}\times120\mathrm{J}\times50.8\mathrm{H}$	レジンボンド	90
#400	3A1-200	$200\mathrm{D}\times10\mathrm{U}\times3\mathrm{X}\times15\mathrm{T}\times120\mathrm{J}\times50.8\mathrm{H}$	レジンボンド	90
#1,000	3A1-200	$200\mathrm{D}\times5\mathrm{U}\times3\mathrm{X}\times15\mathrm{T}\times120\mathrm{J}\times50.8\mathrm{H}$	レジンボンド	90
#2,000	1A1-200	$200\mathrm{D} \times 10\mathrm{U} \times 3\mathrm{X} \times 50.8\mathrm{H}$	メタルボンド	100
#4,000	1A1-200	$200\mathrm{D} \times 10\mathrm{U} \times 3\mathrm{X} \times 50.8\mathrm{H}$	メタルボンド	100
#6,000	1A1-200	200D × 10U × 3X × 50.8H	メタルボンド	100

表 2.2.1 砥石の仕様

D:砥石外径、U:砥石幅、X:砥粒層の幅、T:ボス幅、J:ボス径、H:砥石内径

砥石番手における砥粒の平均粒径 #140:105µm、#400:37µm、#1000:15µm、#2000:9µm、

 $#4000:5\mu m, #6000:3\mu m$

砥石番手における砥粒の粒径範囲 #400:21~50µm、#1000:7~32µm、#2000:6~12µm、 #4000:4~6µm、#6000:2~4µm

研削盤			ナガセインテグし	ノックス(株) EPG-	52						
加工 形態	砥石 番手	砥石周速度 (回転数)	テーブル左右 速度	テーブル前後 速度	切り込み量	スパークアウ ト回数					
粗加工	#140	1,500m/min (2,390 rpm)	13m/min	50 mm/min	15µm/回	4					
中加工	#400	1,800 m/min (2,865 rpm)	13m/min	50 mm/min	3µm/回	4					
中加工	#1,000	1,200 m/min (1,910 rpm)	13m/min	50 mm/min	1μm/回	4					
中加工	#2,000	1,200 m/min (1,910 rpm)	13m/min	30mm/min	1µm/回	4					
中加工	#4,000	1,200 m/min (1,910 rpm)	13m/min	30mm/min	0.5µm/回	4					
仕上 加工	#6,000	1,200 m/min (1,910 rpm)	13m/min	25mm/min 15mm/min	0.3µm/回	4					
研削液	友 ヴァーデンバニソール No.115 水道水 50 倍希釈										

表 2.2.2 研削条件

画像顕微鏡による研削後のワークピースの出口側コーナー部の観察例を図 2.2.3 に示す。ELID 研削法#6,000 研削することにより、チッピング深さは 0.79µm となり、従来砥石のみによる研削の場 合に比べて大幅に減少した。



図 2.2.3 #6,000ELID 研削した WC 平均粒度 0.3µm の超硬合金の出口側コーナー部の観察例 (×500)

(2) 切り込み量の改善

前項の研削条件(表 2.2.2)に対して、ELID 研削法#6,000 研削時の切り込み量を WC 平均粒度と 同じ 0.1µm にすることによりチッピング目標値 0.1µm が得られるかを確認するため、表 2.2.3 に示す 条件にて研削加工を行った。

レーザー顕微鏡による加工後のワークピースの出口側コーナー部の観察例を 2.2.4 に示す。切り 込み量を 0.1µm とすることによりチッピング深さを 0.5µm とより小さくすることが出来た。なお、これま で画像顕微鏡で観察を行ってきたが、チッピング寸法が減少したため、より高倍で観察できるレーザ ー顕微鏡に変更した。

研削盤			ナガセインテグし	ノックス(株) EPG-	52	
加工 形態	砥石 番手	砥石周速度 (回転数)	テーブル左右 速度	テーブル前後 速度	切り込み量	スパークアウ ト回数
粗加工	#140	1,500m/min (2,390 rpm)	13m/min	50 mm/min	15µm/回	4
中加工	#400	1,800 m/min (2,865 rpm)	13m/min	50 mm/min	3µm/回	4
中加工	#1,000	1,200 m/min (1,910 rpm)	13m/min	50 mm/min	1µm/回	4
中加工	#2,000	1,200 m/min (1,910 rpm)	13m/min	30mm/min	1µm/回	4
中加工	#4,000	1,200 m/min (1,910 rpm)	13m/min	30mm/min	0.5µm/回	4
仕上 加工	#6,000	1,200 m/min (1,910 rpm)	13m/min	25mm/min 15mm/min	0.1µm/回	4
研削液		ヴァー	・デンバニソール		50 倍希釈	

表 2.2.3 研削条件



図 2.2.4 切り込み量を 0.1µm とした WC 平均粒度 0.3µm 粒度の超硬合金の出口側コーナー部の 観察例(×1,400)

(3) スパークアウト回数の増加による改善

さらなるチッピング寸法の減少を目指し、前項の研削条件(表 2.2.3)に対して、#6,000 研削時のス パークアウト回数を 4 回から 10 回に増やした表 2.2.4 の条件で研削を行い、研削後のチッピング状 態の観察を行った。

研削盤		ナガセインテグレックス(株) EPG-52						
加工 形態	砥石 番手	砥石周速度 (回転数)	テーブル 左右速度	テーブル 前後速度	切り込み量	スパーク アウト回数		
粗加工	#140	1,500m/min (2,390 rpm)	13m/min	50 mm/min	15μm/回	4		
中加工	#400	1,800 m/min (2,865 rpm)	13m/min	50 mm/min	3µm/回	4		
中加工	#1,000	1,200 m/min (1,910 rpm)	13m/min	50 mm/min	1μm/回	4		
中加工	#2,000	1,200 m/min (1,910 rpm)	13m/min	30mm/min	1μm/回	4		
中加工	#4,000	1,200 m/min (1,910 rpm)	13m/min	30mm/min	0.5µm/回	4		
仕上 加工	#6,000	1,200 m/min (1,910 rpm)	13m/min	25mm/min 15mm/min	0.1µm/回	10		
研削液		ヴァー	デンバニソール	No.115 水道水 5	50 倍希釈			

表 2.2.4 研削条件

前回試験ではレーザー顕微鏡にて観察を行ったが、より正確なチッピングの確認を行うため、より 高倍率の観察が可能な走査電子顕微鏡(SEM)で観察を行うこととした。これに伴い、ワークピース 寸法を 100×60×10mm³から SEM に挿入可能な 25×25×10mm³へ変更した。#6,000 研削後 のワークピースの状態を図 2.2.5 に示す。スパーアウト回数を増やすことにより、チッピング寸法は 0.3µm 以下が得られ、WC 平均粒度 0.3µm の 8%Co 超硬合金において、その目標チッピング 0.3µm 以下(WC 粒子 1 個分以下)を達成した。そこで、これ以降の研削は表 2.2.4 の条件で行うこと とした。



図 2.2.5 スパークアウト回数を増加させた WC 平均粒度 0.3µm の超硬合金の出口側コーナー部の 観察例(×10,000)

(4) WC 平均粒度 0.1µm の 10%Co 超硬合金でのチッピング寸法調査

前項まではWC平均粒度が0.3µmの超硬合金の研削試験結果であったが、ここではWC平均粒度 0.1µmの10%Co超硬合金試片(25×25×10mm³)について、表 2.2.4と同条件で研削した。研 削後のワークピースの状態を図 2.2.6 に示す。チッピング深さは 0.1~0.2µm が得られ、ほぼ目標チ ッピング寸法 0.1µm を達成した。



図 2.2.6 WC 粒度 0.1µm の 10%Co 超硬合金における研削後のコーナー部の観察例

(5) WC 平均粒度 0.1µm の 4、20、30%Co 超硬合金試片加工の実施

チッピング寸法に及ぼす Co 量が影響を調査するため、Co 量を 4、20、30%とした WC 平均粒度 0.1µm の超硬合金試片(25×25×10mm³)を、WC 粒度 0.1µm の 10%Co 超硬合金試片の研削時 と同じ条件でそれぞれ研削した。ワークピース研削後の状態を図 2.2.7 に示す。Co 量が多いほどチ ッピングは小さく、20% Co 合金についてのみ、どの面に於いても目標チッピング寸法 0.1µm が得ら れた。30%Co 合金はチッピング深さ 0.1~0.2µm であったが、チッピング幅が 5µm 以上となった。



図 2.2.7 研削後のコーナー部の状態(× 20,000)

(6) WC 平均粒度 0.1µm の 10、20、30%Co 超硬合金薄平帯板研削加工

押出し成形した WC 平均粒度 0.1µm の 10、20、30%Co 超硬合金薄平帯板(75×13×2mm³) を図 2.2.8 示す方向で研削し、チッピングの状態を調査した。研削後の薄平帯板の状態を図 2.2.9 に 示す。





図 2.2.9 研削後の WC 平均粒度 0.1µm の 10、20、30%Co 超硬合金薄平帯板のチッピング状態 (×13,000)

WC 平均粒度 0.1µm の 10%Co 超硬合金薄平帯板のチッピング深さは 0.2µm、チッピング幅は 0.4µm となり、0.1µm WC の 20%Co 超硬合金薄平帯板のチッピング深さは 0.1~0.2µm、チッピン グ幅は 0.2µm が得られ、目標チッピング寸法 0.1µm をほぼ達成した。WC0.1µm の 30%Co 超硬合 金薄平帯板のチッピング深さは 0.1µm となったが、チッピング幅は 1.2µm となった。本試験の結果 からワークピースの厚みの違いによるチッピングの影響は少ないものと判断された。

以上の結果の総まとめとして、表 2.2.5 に各種研削条件条件下における最大チッピング寸法および 表面粗さの測定結果を、図2.2.10 には砥石番手と最大チッピング寸法の関係を示す。砥石番手を大 きく、切り込み量を小さく、スパークアウト回数を増やすことにより、チッピング寸法を減少させることが できることが分かった。

WC 粒度 µm	加工 形態	砥石 番手	砥石周速度 m/min (回転数) (rpm)	テーブル 送り速度 mm/min	切り込み 量 µm/回	スパーク アウト 回数	最大 チッピング 寸法 µm	表面粗さ (Ra) µm
0.3	粗加工	#140	1,500 (2,390)	前後∶50 左右∶13	2	4	深さ∶58 幅∶256	0.255
0.3	中仕上 加工	#400	1,800 (2,865)	前後∶50 左右:13	2	4	深さ:20 幅:39	0.097
0.3	仕上 加工	#1,000	1,200 (1,910)	前後∶50 左右∶13	1	4	深さ: 4.0 幅: 8.0	0.039
0.3	仕上 加工	#2,000	1,200 (1,910)	前後∶30 左右∶13	1	4	深さ: 1.0 幅: 2.9	0.019
0.3	仕上 加工	#4,000	1,200 (1,910)	前後∶30 左右∶13	0.5	4	深さ:0.9 幅:2.0	0.007
0.3	仕上 加工	#6000	1,200 (1,910)	前後∶25 左右∶13	0.1	10	深さ:0.3 幅:0.8	0.006
0.1	仕上 加工	#2000	1,200 (1,910)	前後∶30 左右∶13	1	4	深さ∶1.0 幅∶2.6	0.021
0.1	仕上 加工	#4000	1,200 (1,910)	前後∶30 左右∶13	0.5	4	深さ∶0.9 幅∶1.8	0.007
0.1	仕上 加工	#6000	1,200 (1,910)	前後:25、15 左右:13	0.1	10	深さ:0.1 幅:0.2	0.005

表 2.2.5 各種研削条件条件下における最大チッピング寸法および表面粗さの測定結果



図 2.2.10 砥石番手と最大チッピング寸法の関係

2.2.4 まとめ

本研究では、WC 平均粒度 0.3µm の 8%Co 超硬合金(TFS06)および WC 平均粒度 0.1µm の 4~30%Co 超硬合金(ナノ微粒超硬合金)の研削試験を行い、ワークピースのチッピング寸法が測定して 最小となる条件を探し、以下の諸結果を得た。

(1) WC 平均粒度 0.3µm の 8%Co 超硬合金に E LID 研削法#6,000 を適用することにより、チッピングの深さおよび幅はいずれも 0.3µm 以下となり、平均粒度 0.3µm における目標チッピング寸法
 0.3µm(WC 平均粒度と同じ大きさ)を達成した。

(2) WC 平均粒度 0.1µm の 20%Co 超硬合金に ELID研削法#6,000 を適用することにより、チッピング寸法は、深さが 0.1µm、幅が 0.2µm となり、目標チッピング寸法 0.1µm をほぼ達成することが出来た。

(4) チッピングの発生原因として、ダイヤモンド砥粒がワークを研削除去(繰り返してクラックが発生・ 伝播)する時、ダイヤモンド砥粒がワークに与える衝撃力は、砥石で入り口側コーナー部の方が平 坦部に比べて大きい。研削除去部の周辺部の拘束力は、両コーナーの方が平坦部に比べて小さ いことなどが推察された。

これらのことにより、クラックは両コーナー部の方が平坦部に比べて発生および伝播しやすいこと からチッピングが生じやすいと考えられた。従ってダイヤモンド砥粒がワークに与える衝撃力を小さく することにより、チッピングを減少させることが可能なると推測された。ダイヤモンド砥粒がワークに与 える衝撃力を小さくするには、仕上げ研削時において、(イ)機械精度が良く、微細切り込み制御が可 能な研削盤。(ロ)超微砥粒砥石による研削(#4,000 以上は ELID 研削法が必須)。(八)研削面に隣 接する4面にも、研削面と同等な表面精度に研削。(ニ)スパークアウトを繰り返す。これらを適用する ことにより、WC 平均粒度並みのチッピングとすることが可能となった。

第3章 金型表面処理技術の開発

3.1 高密着性金型表面処理技術の開発

3.1.1 はじめに

本プロジェクトの最終製品の一つに、各種光学機器に多用されるガラス非球面レンズの成形用金型がある。金型表面形状精度としては±50nmという非常に高い値が要求される。金型用基材の一つとして、剛性と耐熱衝撃性などが優れる超硬合金がある。ガラス成形温度は一般にガラスが溶融する約870~1070Kであり、その雰囲気は非酸化性ガスフローとしているもののガス中に微量の酸素が混入するため、超硬合金に対しては若干酸化性である。さらに、超硬合金は、被成形材の溶融ガラスと化学反応を起こすため離型性が悪い。そこで、現市場では金型基材表面に、溶融ガラスとの離型性に優れた貴金属やDLCが膜状に被覆されているようである。これらの内、DLCは貴金属に比べて比較的容易に成膜を行うことができると言われている。しかし、DLC被覆も酸素が微量混入した非酸化性ガスフロー中で酸化しやすい。そこで、DLC被覆レンズ金型の寿命因子として考えられているものは、離型膜の酸化消失摩耗および基材酸化に起因する離型膜/基材間の密着力低下による離型膜の脱落であるとされている。

本プロジェクトでは、このような諸事項を考慮し、ガラス非球面レンズ成形用金型の基材として開 発ナノ微粒超硬合金を用い、離型膜として DLC を検討することとした。これらの基材と離型膜に対し ては、上記の要求事項を満たす必要があることから、プロジェクトでは、下記の2点を実現する技術を 確立することを目的とした。

(I)DLC 被膜中の表面精度を劣化する介在物の発生防止と被膜厚さの適正制御(II)DLC 被膜/ナノ微粒超硬合金間の密着性の向上

平成 20 年度までに得られた主な研究結果を表 3.1.1 および表 3.1.2 に示す。

研究項目	主な研究結果
炉内シールド用アルミ箔の 使用回数	使用回数を従来の 10 回から 1 回へ減らすことにより、主とし て片版状介在物が減少し、全介在物数密度は約 30%低減 (1100 770 個/mm ²)。 炉内シールド用アルミ箔は毎回交換 する必要があり。
原料ガス(C6H6)流量の影響	C ₆ H ₆ 流量の減少(150 32cc/min)により主として粒状介在 物が減少し、全介在物数密度は大幅に減少(770 229 個/mm ² 。当初の1100個/mm ² から約1/5へ減少)。
成膜後の研磨効果	研磨を行うことにより、全介在物数密度は減少(最小 145 個 /mm²)。しかし、研磨中に被膜が脱落する傾向にあった。
中間層の成膜条件	DLC 被膜/基材間にシリコン系中間層を成膜することにより DLC 被膜の自然剥離は防止可能。成膜速度を小 大に傾 斜させ、被膜内の内部応力緩和を行うことにより密着強度が 向上(但し、この場合は基材にテスト用として SKD11 を使 用)。

表 3.1.1 平成 19 年度の主な研究結果

研究項目	主な研究結果			
	炉内シールド材上に生成した DLC 被膜の熱歪剥離を防止す			
	る目的で、従来のアルミ箔よりも熱膨張係数が DLC 被膜に近			
、 アトリン ール ト 材 質 の 影 著	いSUS304箔を用いた場合の検討を行ったが、シールド材質			
	による介在物数密度に差は無かった。			
	原料ガス導入方法として、変更 炉内ガス対流防止、変更			
石羽光っ洋)ナナへ影響	炉内ガス対流防止+プラズマ中へのガス直接噴射防止の2種			
	類を検討した結果、変更のガス導入方法を用いることで、			
	介在物数密度は 229 83 個/mm ² へと約 65%低減出来た。			
	各方法の最良条件を組み合わせることにより介在物密度は			
原料ガス導入法と原料ガス	83 55 個/mm ² へと約 35%低減出来、最も少なくなることが			
(C6H6)流量減少法との組合わせ	分かった。また、DLC 成膜前の Ra の 0.01µm は DLC 成膜			
法の影響	後も維持され鏡面性の劣化もなく、ガラスレンズ成形用金型の			
	表面精度水準に達していると判断された。			
	レンズ金型向けに適した DLC の成膜方式として優れていると			
	宣伝されている Filtered Cathodic Vacuum Arc (FCVA)法			
氏暗た十の影響	の検討を行った結果、イオン化蒸着法の最も介在物数密度が			
成 展 力 式 の 影 音 日本 日本	少ない条件と比較して約 10 倍の介在物が確認された。従っ			
	て FCVA 法は、現段階では、レンズ金型への適用は難しいと			
	判断された。			
	H19年度効果が確認された「中間層介在および DLC 成膜速			
	度傾斜を用いて、ナノ微粒超硬合金(WC 平均粒度∶約			
	0.2μm)にイオン化蒸着法で中間層介在の DLC 被膜を成膜			
山明岡の式暗タ件	し、その被膜密着性をスクラッチ試験にてより評価を行った結			
中间眉の风族赤叶	果、荷重 100N において被膜剥離は観察されなかった。 従っ			
	て、本プロジェクトの最終目標の一つであるナノ微粒超硬合			
	金への DLC 被膜の密着性 100N の目標を達成することが出			
	来た。			

以上のように、介在物数密度はプロジェクト初期と比較して約 1/20 まで減少させることが可能となった。そしてガラス非球面レンズ成形用金型の表面精度水準域まで達していると判断されたので、今 年度は外部評価により本プロジェクトの開発結果の妥当性を確認することとした。

さらに、DLC 被膜は適用金型により適正膜厚が変化(0.1~2µm)するため、膜厚による密着強度 低下を抑制するため、主として DLC/中間層の膜厚比について検討を行った。 3.1.2 試料および実験方法

基材試料としてはナノ微粒超硬合金の WC-XC-8mass%Co(WC 平均粒度約 0.3µm、硬さ 2100HV、XC は添加炭化物)を用いた。試料寸法は 25×8×4mm³とし、25×8mm²の一面を成膜 面とした。成膜面を鏡面仕上げした後、アルコール中で超音波洗浄し、成膜に供した。

成膜方法としては、前年度と同様に、イオン化蒸着法を用いた。装置概略図を図 3.1.1 に示す。試料を試料台に設置し、炉内を 1.3×10⁻³Pa まで真空引きした後、Ar イオンボンバード処理して清浄 面とした後、有機 Si 化合物ガスを導入し、ガス流速(成膜速度)と処理時間を種々変化(傾斜)すること により Si 系中間層膜の成膜処理を行った。中間層成膜終了後、DLC 原料ガスである C₆H₆ ガスを導 入し、一般に表 3.1.3 に示す条件で C₆H₆ ガス流速(成膜速度)と処理時間を種々変化(傾斜)させて DLC 成膜処理を行いことにより DLC/中間層の膜厚比を変化させた。成膜後の試料について、被膜 厚を断面 SEM 観察により、被膜密着性をスクラッチ法によりそれぞれ調べた。



図 3.1.1 成膜装置の概略図(イオン化蒸着法)

	Ar ガス	200cc/min				
	フィラメント電流	30A				
イオンボンバード	アノード電圧	50V				
	バイアス電圧	1.0kV				
	処理時間	45min				
	Si ガス	25 50 75 100cc/min				
	フィラメント電流	30A				
中間層成膜	アノード電圧	50V				
	バイアス電圧	1.0kV				
	処理時間	5 5 5 15min				
	C ₆ H ₆ ガス	8 16 24 32cc/min				
	フィラメント電流	30A				
DLC 成膜	アノード電圧	50V				
	バイアス電圧	1.0kV				
	処理時間	20 20 20 40min				

表 3.1.3 イオン化蒸着法における中間膜および DLC 成膜条件の成膜条件

3.1.3 結果および考察

既述のように、中間層介在および DLC 成膜速度傾斜を用いることで本プロジェクトの最終目標で あるナノ微粒超硬合金への DLC 被膜の密着性(剥離強度またはスクラッチ剥離荷重)の目標値 100N を達成することが可能であることが分かったが、既述のように DLC 被膜は適用金型により適正 膜厚が変化(0.1~2µm)するため、膜厚により密着強度が変化することが考えられ、これらを抑制する ため適正な DLC 被膜/中間層の膜厚比の検討を行った。DLC 被膜の厚さを 1µm 一定とした場合の DLC 被膜/中間層の膜厚比とスクラッチ剥離荷重の関係を図 3.1.2 に示す。これより、DLC 被膜/中間 層膜厚比 2.3 で最も高い剥離強度を示すことが分かった。また、DLC 被膜/中間層膜厚比が 2.3 より 大きくまたは小さくなっても、剥離強度は低下する傾向に有り、バイアス電圧傾斜同様に DLC 被膜/ 中間層膜厚比も内部応力を緩和する上で適正化する必要があることが確認された。



3.1.4 試作金型実用評価(DLC 被膜のガラス成形用型への適用性評価)

DLC 被膜は、非酸化性雰囲気中では優れた耐摩耗性、表面平滑性、耐焼付き性を有し、金型表 面精度を維持しやすいと考えられる。そこで、本研究開発では試作金型としてガラスレンズ成形用金 型を試作することを検討している。しかしながら、ガラスレンズ成形用金型の使用環境では基材酸化 に起因する DLC 被膜/基材間の密着力低下による DLC 被膜の脱落が考えられるため、DLC 被覆 金型の要求特性に適合させた基材設計をする必要がある。

例えば、レンズ成形用金型では優れた鏡面性と耐酸化性が必要とされるため、その合金には主と してバインダレス超硬合金が使用されている。ここでは、各種バインダレス超硬合金にDLCを被覆し た試作金型を作製し、外部一次評価を行った結果について、報告書の内容の一部を転載する。

39

(1) 評価基材(すべて DLC 被覆)および評価項目

評価基材としては、表3・1・4に示す合金を用いた。評価基材について図3.1.3に示す平面検討型 試片で評価された。



①平面検討型

表 3.1.4	計410	四基材(9	~(DLC)

		いた参臣	细式玄	大気中 600 -60min	DLC	波膜厚
評価面		WC 松皮	組成分	酸化增量(単位:g/m²)	(単位	:μ m)
*	合金 C	0.2µm	Cr 系	11	1.2	0.6
	合金 D	1.5µm	t系	3.4	1.2	0.6
	合金 E	0.2µm	Cr 系	20	1.2	0.6
_ <u>↓</u> 形状	合金 F	0.2µm	Cr 系	11	1.2	0.6
	合金H	0.2µm	t系	17	1.2	0.6

評価は、以下の2項目で行われた。

(I) DLC 被膜表面精度:光学顕微鏡での表面観察(レンズ金型基準での適用性判断)

(II) DLC 被膜の耐熱性:加熱試験(600 -100hr 酸素濃度:10ppm 以下)前後の SEM による表面 観察(被膜剥離の有無)

(2)評価結果

(a) DLC 被膜表面精度

平面検討型試片を鏡面研磨後、DLC を成膜したサンプルの外観を図 3.1.4、DLC 被膜表面の光 学顕微鏡観察結果を図 3.1.5、平面検討型試片の破断面の SEM 観察結果を図 3.1.6 に示す。これ より、成膜後のサンプルも成膜前の鏡面性を維持しており、光学顕微鏡と SEM の観察においてほと んど介在物やマイクロポア等もほとんど観察されず良好な表面であり、レンズ金型基準で適用可能レ ベルであることが確認された。



図 3.1.4 DLC を成膜したサンプル外観



図 3.1.5 DLC 被膜表面観察結果 (光学顕微鏡)



図 3.1.6 平面検討型試片の破断面の SEM 観察結果

(2) DLC 被膜の耐熱性の基材種類依存性

表3.1.4 に示した合金 C~H上にイオン化蒸着法により2 種類の膜厚(1.2µm、0.6µm)の DLC を 成膜し、酸素濃度 10ppm 以下の雰囲気で 600 -100hrの耐熱試験した結果を表3.1.5~7 に示す。 これより、冷間で使用する工具の膜厚仕様(1.2µm)では、すべての基材で DLC 被膜剥離が観察さ れたが、DLC 被膜の膜厚が 0.6µm の薄膜仕様ではすべての合金で被膜剥離は観察されなかった。 これらの結果より、レンズ金型仕様環境下での DLC 被覆合金の耐熱性は DLC 被膜/基材間の残留 応力に起因した剥離の難易性によって決まると考えられた。

		試作材料					
	С	D					
加熱後写真							
適用性	×	×	×	×	×		
コメント		一部利用		全面剥離	全面剥離		

表 3.1.5 膜厚 1.2µm の DLC 被覆合金の 600 -100hrの耐熱試験結果

表 3.1.6 膜厚 0.6µm の DLC 被覆合金の 600 -100hrの耐熱試験結果

		訂 (乍 木才米斗					
	С	F	Н				
加熱後写真		P					
適用性	×	0	0				
コメント	一部剥離						

DLC 膜厚	試験結果
1.2µm	悪 合金D < 合金H < 合金F < 合金C < 合金E 良 但し、全てのサンプルにて被膜剥離を確認。合金Eのみ大きな剥離は無い
0.6µm	すべての合金で被膜剥離無し。

表 3.1.7 各種合金を基材とした DLC 被膜の耐熱試験結果のまとめ

3.1.5 まとめ

ガラス非球面レンズ成形用金型向けの理系膜としてイオン化蒸着法を用いて作製したDLC 被膜の 表面平滑性の改善(介在物の数密度と寸法の減少)および超硬合金基材との密着性向上を図るため、 蒸着条件を種々検討した結果および外部での試作金型実用評価結果の主要点は以下のとおりであ る。

(1) 昨年度の検討において効果が確認された「イオン化蒸着法による中間層と DLC の成膜時のガ ス流速傾斜法(成膜条件:表3.1.3)」を用いて、ナノ微粒超硬合金(WC 平均粒度:0.2µm)に中間層介 在の DLC 被膜を成膜し、その被膜密着性をスクラッチ試験により評価を行った。その結果、本プロジ ェクトの最終目標の一つであるナノ微粒超硬合金への DLC 被膜の密着性(剥離強度またはスクラッ チ荷重)の目標値 100N を達成することが出来た。そして、金型の使用環境により適正膜厚(0.1 ~ 2.0µm)が変化することを考慮し、DLC 膜厚による剥離強度低下を抑制するため、適正な DLC 被膜/ 中間層の膜厚比の検討を行った結果、DLC 被膜/中間層膜厚比 2.3 で最も高い剥離強度を示すこと が分かった。

(2) 前年度まで介在物数密度削減の目的のために検討した 3 項目、すなわち 炉内シールド用ア ルミ箔の使用回数、 原料ガス(C₆H₆)流量、 原料ガス(C₆H₆)導入方法のいずれも適正化した成膜 条件により試作金型を作製し、DLC 被膜表面精度を外部において評価を行った結果、(i)サンプル の鏡面性は成膜により劣化しないこと、(ii)光学顕微鏡と SEM の観察において被膜表面には殆んど 介在物やマイクロポア等も観察されず良好であること、(iii)レンズ金型基準で適用可能レベルである こと、などが確認された。

(3) ガラスレンズ成形用金型への DLC 被膜の適用可否と DLC 被膜の耐熱性に及ぼす基材種類の 影響を検討するため、使用環境を想定し、酸素濃度 10ppm 以下の雰囲気、600 -100hr で耐熱試 験評価を行った。その結果、DLC 被膜の酸化は観察されなかったが、厚膜(1.2µm)では、すべての 基材で DLC 被膜剥離が観察され、薄膜(0.6µm)ではすべての基材で DLC 被膜剥離は観察されな かった。これより、レンズ金型仕様環境下での DLC 被覆合金の耐熱性は基材酸化による DLC 被膜 脱落ではなく、 DLC 被膜/基材間の残留応力に起因した剥離の難易性によって決まると考えられ た。 第4章 試作金型の適用性検討

4.1 非球面レンズ成形用金型への適用性

4.1.1 はじめに

非球面ガラス成形用金型には優れた鏡面性が必要とされるため、その金型用素材としては主とし てバインダレス超硬合金が使用されている。鏡面性をより向上させるためにはバインダレス超硬合金 においても WC 粒度の微細化が有効であると考えられる。平成 20 年度には、WC 粒度が 0.2~ 0.3µm の擬バインダレスナノ微粒超硬合金について、外部一次評価を行った結果、精密加工性に おいては従来材料に比較して表面粗さが小さいという点でメリットが得られたが、加熱テストの結果に おいて表面の劣化が確認された。そこで、平成 21 年度は加熱耐久性改善を行った合金(2.1.4 参 照)について、外部評価を行った。ここでは、その報告書の内容を転載する。

4.1.2 検討サンプル

表4.1.1 に評価サンプルの合金特性を示す。本年度開発の3種の合金に加えて比較用として平成 20 年度試料の合金 C および従来材料の合金 D を併せて評価した。評価サンプルの形状を図4.1.1 に示す。

	H20年	H21年			従来材料
	С	E	F	Н	D
粒度	0.2	0.2	0.1	0.2	1.5
Cr ₃ C ₂ 量	1.0	1.5	3.0	1.5	0
他添加物	3.5	3.5	3.5	5	0
硬さ	2600	2700	2700	2500	2000
熱膨張係数 (RT-673)	4.5	4.6	4.8	4.8	4.6
比重	15.39	15.19	14.68	14.27	14.65
熱伝導率	41	31	23	26	63

表 4.1.1 昨年度(平成 20 年度)試料および今年度(平成 21 年度)試料の合金特性値



平面検討型

汎用ブランク

図 4.1.1 評価サンプルの形状

4.1.3 評価結果

(1) 精密加工性

精密加工性は、研削加工と研磨加工の2点で評価された。表4.1.2に研削加工後の表面粗さを、 表4.1.3に研磨加工後の表面粗さ、図4.1.2に研磨後の表面解析像を示す。研削加工後の表面粗さ は、従来材料より若干大きな値となっているが、何れも研磨加工の前段階として必要な粗さを確保で きた。一方、研磨加工後の粗さは、本年度の試作材料である合金 E、F および H の何れも従来材料 より小さい値となり、鏡面性が明らかに良いことが分かった。何れの試作材料においても、目標の表 面粗さ±50nm 以内を達成した。なお、研削砥石および研磨砥石の番手などは、外部評価報告書に 開示されていない。

表 4.1.2 研削加工後の表面粗さ

評価項目		С	E	F	Н	D(J05)
粗さ	$PV(\mu m)$	0.087	0.095	0.084	0.076	0.070
	Ra(nm)	10.855	10.601	8.960	8.828	6.370

表 4.1.2 研磨加工後の表面粗さ

評価項目		С	E	F	Н	D(J05)
粗さ	$PV(\mu m)$	0.037	0.029	0.033	0.032	0.063
	Ra(nm)	3.972	3.563	4.280	3.523	6.239



図 4.1.2 研磨後の表面解析像

(2) コーティング性

表 4.1.3 に試作材料のコーティング前後における表面粗さの変化を示した。何れの試作材料も従 来材料に比べて表面粗さが小さくなった。表4.1.4 にスクラッチ試験によるコーティング密着力の評価 結果を示す。全ての材料においてコーティング膜の剥離は認められなかった。なお、外部評価報告 書には、コーティング密着力の判定用の「スクラッチ試験荷重」については、開示されていない。

表 4.1.3 試作材料のコーティング前後の表面粗さ

評価項目		С	E	F	Н	D(J05)
コート 前粗さ	$PV(\mu m)$	0.015	0.008	0.009	0.008	0.015
	Ra(nm)	0.498	0.442	0.535	0.486	0.844
コート後粗さ	$PV(\mu m)$	0.016	0.01.0	0.015	0.011	0.036
	Ra(nm)	0.400	0.388	0.640	0.403	0.734

表 4.1.4 スクラッチ試験によるコーティング密着力の評価結果

項目	С	E	F	Н	D(J05)
剥離	なし	なし	なし	なし	なし

- (3) 型適用性
- (a) 加熱テスト

成形条件に近い環境(600 -100h、酸素濃度 10ppm)で加熱した材料の表面について、従来材料に比較して、表面の劣化状態を観察した。表4.1.5に加熱テスト後の表面観察結果を示す。 変色については、合金Fが同等レベルで、その他は変色が少なかった。 拡大観察による表面観察については、合金EおよびHでは大きな変化がなく、耐熱性が高いと判断された。

	C	E	F	Н	D
加熱後写真					
加熱後拡大写真 ×8k					
適用性					Ref.
コメント	Cr 添加量の増加 に伴い、材料表 面の隆起が少し 発生し始めてい る。	大きな変化はな い。	Cr 添加量の増加 に伴い、材料表面 の隆起が増加して きているが、脱落 はない。	大きな変化はな い。	酸化により、材料 表面に隆起が発 生しているが、脱 落はない。

表 4.1.5 加熱テスト後の表面観察結果

△:従来材料と同等程度 ○:良い ◎:最も良い

(b) レンズ成形評価

実成形ににおいての課題の有無を確認するため、加熱テストの結果が最も良かった合金 H について、汎用ブランクを実形状に加工し、成形用のコーティングを施して、成形テストされた。成形形状は 10の両凸レンズ、硝材にはオハラ L-LAH53(Tg 点 574 、At 点 607)が使用された。10 ショットの成形確認を行い、初期的な問題がないことが確認された。

(4) 評価結果のまとめ

表 4.1.6 に評価結果のまとめを示す。試作材料は従来材料に比べて全ての項目で同等以上の結果となった。

	試作材料					
評価項目	С	E	F	Н		
精密加工性	0	0	0	0		
コーティング 性	\circ	0	0	0		
型適用性	0	0	Δ	0		
総合評価	0	0	0	0		

表 4.1.6 評価結果のまとめ

△:従来材料と同等程度 ○:良い ◎:最も良い

4.2 硬脆材料切断刃への適用性

4.2.1 はじめに

情報家電の分野では、液晶パネルやプラズマディスプレイパネルに代表される板ガラス基板やセ ラミックコンデンサなどの切断に硬脆材料切断刃が多用されている。近年、ユーザーのニーズが高ま り、より切れ味が良く、バリや欠けなどが発生しない切断刃の要求が高まっている。ナノ微粒超硬合金 は、WC 平均粒度が小さいことに起因して、金型加工においてシャープなエッジが出しやすく、使用 時においても摩耗が少ないためその刃先形状を維持しやすいと考えられる。しかし、同じナノ微粒超 硬合金でもCo量によって、硬さ、靭性、ヤング率が異なるため、Co量の最適化が必要である。ここで は、硬脆材料切断刃への開発合金の適用性を確認するため、Co量を変化させたナノ微粒超硬合金 のシャープエッジ加工性について、外部評価を行った結果を報告する。

4.2.2 作製方法および結果

表 4.2.1 に硬脆材料切断刃の加工条件を示す。外部評価のため、切り込み量等の条件について は開示されていない。この条件で加工した刃先観察例を図 4.2.1 に示す。刃先には、1~2µm ほど のチッピングが認められた。この段階では、20%Co の合金が最もチッピングが小さくなった。何れに しても、この状態では、目標のチッピング寸法には達していないが、実際の切断刃の仕上げには、先 端 R 加工が行われる。その加工を行った後の刃先の観察例を図 4.2.2 に示す。先端 R 加工を行っ たものについては、30%Co 合金を除き、チッピングは認められなかった。30%Co 合金のチッピング が大きかった原因としては、Co 相の分布が不均一であったことにあると考えられた(図 2.1.8 参照)。

	刃先角度	幅仕上げ	刃先中仕上げ	刃先最終仕上げ
条件	30 ° 両刃	#400	#600	#2,000
条件	30 ° 両刃	#1,000	#1,000	#2,000
条件	30 ° 両刃	#1,000	#1,000	#2,000 #3,000

表 4.2.1 硬脆材料切断刃の刃先加工条件



図 4.2.2 先端 R 加工後の硬脆材料切断刃における刃先チッピングの観察例

4.3 インクジェット成形ピンの撥水機能溝成形

4.3.1 はじめに

ステンレス製インクジェットノズルを成形するための方法のひとつとして、先端径約 20µm のピン によりディンプル加工を行い、反対面側の凸部を研削除去する方法がある。そのディンプル加工用 ピンにナノ微粒超硬合金を用いると、市販超微粒超硬合金が50万ショットで寿命に達するのに対し、 200 万ショット以上の加工を可能にすることができることが明らかにされている。インクジェットノズル は液だれを防止するために撥水塗膜処理などが行われているが、「ノズル内径に微細な線状凹凸を 形成することのより撥水性を付与したい」という要望があった。成形用ピンに線状溝を多数つけること ができれば、その反転形状の線状溝をノズルに転写できると考えられる。ここでは、ナノ微粒超硬合 金製成形用ピンに 100nm クラスの溝を、試験用として一本成形した結果を報告する。

4.3.2 作製方法および結果

ピンの素材には、10%Coのナノ微粒超硬合金を用い、砥石加工により、先端径 20の成形用ピンを作製した。微細溝加工には集束イオンビーム(FIB)加工装置を用いて、幅 100~300nm、深さ 50~300nmの加工を行った。図 4.3.1 は幅 150nm、深さ 150nmの微細溝加工を行ったインクジェット成形用ピンの観察例である。これより、深さ幅ともに均一な溝が成形できていることが分かる。1本当たりの加工時間は十数秒ほどであり、実用に用いるために多数の溝を作製する場合でも加工能率的に問題がないと推察された。



図 4.3.1 微細溝加工を行ったインクジェット成形用ピンの観察例

第5章 平成21年度成果の総括

- 5.1 ニアネット成形加工技術の開発
- 5.1.1 圧粉成形工程におけるニアネットシェイプ成形加工技術の開発

(1) 押出し成形による薄平帯板の開発

WC-10%Co ナノ微粒超硬合金において、成形助剤 P1 および P2 を添加後に篩処理を施すこと により成形助剤の偏析部分を取り除くこと、さらに、押出し成形前に混錬物を与圧することによって、 混錬物密度の均一化を計った結果、押出し成形の歩留まりが 43%から 86%に向上した。 上記の押 出し成形体を焼結し、金型プレス成形体と同様にポアや Co プールのない健全な焼結体を得ることに 成功した。また、WC-20%Co および WC-30%Co ナノ微粒超硬合金においても、押出し歩留まり 86%を得ることに成功した。

(2) 脱成形助剤プロセスの検討

脱成形助剤プロセス条件を種々検討した結果、本プロジェクトで作製した押出し成形体の脱成形 助剤時間は、1~2h で良いと考えられた。

(3) ガラス非球面レンズ成形用材料の合金設計の検討

擬バインダレスナノ微粒超硬合金について Cr₃C₂量を増加し、耐酸化性を改善させた。 t 系バインダレス合金の微粒化を検討し、0.2μm 粒度級ナノ粒バインダレス超硬合金の開発に成功した。全ての開発・試作材料は、全ての評価項目において、従来材料の同等以上の結果となった。

5.1.2 高精度・高精密金型成形加工技術の開発

本研究では開発超微粒合金(WC 平均粒度 0.3µm)について種々諸条件を変えて研削試験を行 い、ワークピースのチッピング寸法が測定して最小となる条件を探した。その結果に基づいて 0.1µm 粒度の WC-20%Co ナノ微粒超硬合金に ELID 研削#6,000 を行うことにより、目標チッピング寸法で ある 0.1µm 以下をほぼ達成した。

5.2 金型表面処理技術の開発

5.2.1 高密着性金型表面処理技術の開発

平成 20 年度までに確立した技術を用い、ガラス非球面レンズ成形用金型への適用性を評価し、DLC 膜厚が1~2µm では、成形温度の600 まで温度を上昇させると、DLC 被膜/基材間の残留応力により剥離が発生するが、DLC 膜厚を0.6µmとすることで、成形使用温度に耐えうることが分かった。

5.3 試作金型の適用性検討

5.3.1 非球面レンズ成形用金型への適用性

WC 平均粒度 0.1~0.2µm の Cr₃C₂ 系擬バインダレスナノ微粒超硬合金および t 系バインダレス超硬合金を試作材料として外部評価し、精密加工性、コーティング性および型適用 性の全てのの評価項目において、従来材料に比べて同等以上の高評価を得た。

5.3.2 硬脆材料切断刃への適用性

硬脆材料切断刃への開発合金の適用性を確認するため、WC 平均粒度 0.1µm のナノ微粒超 硬合金について Co 量を変化させた合金のシャープエッジ加工性について外部評価を行った。 10%Co および 20%Co において、チッピングが認められない硬脆材料切断刃を作製すること ができた。

5.3.3 インクジェット成形ピンの撥水機能溝成形

ナノ微粒超硬合金製インクジェットノズル成形用ピンに 100nm クラスの溝を、試験用として幅 100 ~ 300nm、深さ 50 ~ 300nm を成形した結果、深さ幅ともに均一な溝が成形できた。

第6章 平成19~21年度の総括

6.1 圧粉成形工程におけるニアネットシェイプ成形加工技術の開発

(1) 押出し成形によるナノ微粒超硬合金製小径長尺丸棒の開発

合金の WC 平均粒度 0.3µm および 0.1µm 用の粉末と成形助剤との混錬物について、押出し出 口寸法 6 などの小径長尺丸棒の押出し条件を確立した。通常の金型成形プレス圧粉体と同様の条 件で脱成形助剤・焼結が可能であり、健全な焼結・HIP 体を得ることができた。

(2) 押出し成形による薄平帯板の開発

合金 WC 粒度 0.3µm および 0.1µm の混錬物について、押出し出口形状 21.5 × 3.25mm の薄平 帯板状成形体の押出しを行うことができた。押出し条件を検討することにより、押出し成形の歩留まり も改善できた。通常の金型成形プレス圧粉体と同様の条件で脱成形助剤・焼結が可能であり、健全 な焼結・HIP 体を得ることができた。

(3) プレス成形による薄肉板の開発

プレス成形により 135 × 135 × 1.1mm の薄肉圧粉体を作製し、その後焼結することで 104.9 × 105.2 × 0.8mm の薄肉板焼結体を得ることができた。

(4) 多段圧粉成形技術の開発

大径部が 33.5 × 6mm、小径部が 30.5 × 15mm の 2 段プレス成形を試み、成形助剤量 5mass%の場合に最も良好な成形体を得ることができた。脱成形助剤条件を最適化し、健全な焼結・ HIP 体を得ることができた。

(5) 圧粉体の研削・切削条件の検討

圧粉体の穴開け加工において、チッピング寸法に及ぼすドリル先端形状の影響を調査した結果、 回転数700rpm、送り速度10mm/sの条件では、XR型およびボール型のドリルを用いることで、チッ ピング寸法を0.05mm以下とすることができた。

(6) 脱成形助剤プロセス条件の検討

丸棒押出し成形体および多段プレス成形体について脱成形助剤条件を検討し、脱成形助剤プロ セス条件を効率的に最適化できることが分かった。

(7) 焼結時の収縮率の把握

金型プレス成形体および押出し成形体の成形圧力と収縮率の関係を調査し、両社の間には一般の超硬合金と同じく逆比例の関係にあることを確認した。

(8) 非球面レンズ成形用金型材料の合金設計の検討

WC 平均粒度 0.1~0.3µm の擬バインダレスナノ微粒超硬合金および t 系バインダレス超硬合 金を作製した。レンズ成形用型金型材料の評価データとして必要な熱伝導率、耐酸化性、熱膨張率 などを調査し、さらに型適正を外部評価した。開発・試作材料は、全ての評価項目で従来材料の同等 以上の結果となった。 6.1.2 高精度高精密金型成形加工技術の開発

0.3µm粒度および0.1µm粒度のナノ微粒超硬合金を用いて耐チッピングテストを行った結果、砥 石番手増加、砥粒集中度減少、砥石幅減少、切り込み量減少、スパークアウト数増加により、最大チ ッピング寸法が減少することが分かった。

ELID研削法によるメタルボンド#6000仕上げ加工を実施し、被加工材のWC平均粒度と同等のチッピング寸法が得られ、目標チッピング寸法0.1µm以下をほぼ達成した。

ガラス非球面レンズ成形用金型として形状精度±50nmを達成した。

6.2 金型表面処理技術の開発

6.2.1 高密着性金型表面処理技術の開発

ガラス非球面レンズ成形用金型向け DLC 被膜について、成膜プロセスの検討や DLC 被膜厚さ および中間層厚さの最適化を行った。

DLC 被膜密着強度については、中間層を制御することにより WC 平均粒度 0.1µm のナノ微粒超 硬合金において、スクラッチ剥離荷重 100N 以上を達成した。

DLC コーティングプロセスにおいて発生する原料ガス由来による介在物を減少させるため、反応 ガスとイオンの流れの影響を把握し、製膜プロセスにおけるプラズマイオン発生源とガス導入壱との 関係や成膜速度の影響を把握し、制御することで、高精度・高精密金型にも対応できる平滑性の優 れた DLC コーティングプロセスを確立した。

6.3 研究開発後の課題

日本経済は不況の真っ只中から脱却できないでいる。各ユーザーともに経済産業力の確保・強化 に努めているのが現状である。更なる低コスト化を求めている。日本をとりまく環境は更に厳しいもの になっているのが現状である。本研究開発の高精密金型としての適用範囲の拡大、更なるニーズの 掘り起こしを推し進めながら、更なるコスト低減につながる研究開発を継続し、2~3年後には事業化 につなげたい。

53

