

平成22年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「リチウムイオン電池用金属缶のドライプレス技術開発」

研究開発成果等報告書

平成23年9月

委託者 関東経済産業局

委託先 地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター

目次

第一章 研究開発の概要

- 1-1 研究開発の背景・研究目的および目標
- 1-2 研究体制
- 1-3 成果概要
- 1-4 当該研究開発の連絡窓口

第二章 本論

- 1-1 コーティング前処理の最適化
- 1-2 コーティングレシピの選択
- 1-3 再生コーティング手法の開発
- 2-1 ドライ工具—転造タツプの加工
- 2-2 多段深絞り工程のドライ化
- 2-3 微細部品のドライプレス化
- 3 CVD装置の導入

最終章 全体総括

- I 研究開発成果
- II 研究開発後の課題
- III 事業化展開

第一章研究開発の概要

リチウムイオン電池用金属缶の金属プレス加工において、潤滑油使用量低減及び洗浄工程削減に向けた、低コスト化、短納期化、環境に配慮したドライ加工技術が不可欠である。本事業では、プレス工具・金型のプラズマ表面清浄化処理＋ナノ積層コーティングに磁界を援用し複雑形状へ超耐久性コーティング技術の実現とプラズマ被膜除去プロセスによる金型再生技術を開発する。

1-1 研究開発の背景・研究目的および目標

研究開発の背景と目的

(十一) 金属プレス加工に係る技術に関する事項

1 金属プレス加工に係る技術において達成すべき高度化目標

(6) その他

① 川下製造業者等の抱える課題及びニーズ

ウ. 低コスト化

リチウムイオン電池を中心とする二次電池の市場が急拡大している中で、電池用金属缶の需要数も増え、川下製造業者自身の競争力強化の一環としてのコストダウンの要求もさらに高まっている。しかし、加工速度の高速化や材料取りの改善などの既存技術やQA, ISO9001/14001などの管理手法のコスト改善手法では大きな削減を期待できず限界にきている。しかしながら、製缶に不可欠な深絞り加工技術には大量の潤滑油を使用し、その後の脱脂作業が当然のものと受け止められていたが、その二つの主要プロセスを除くことができる技術を実現できれば、潤滑油経費及び廃油廃棄処理費を含め、生産コストの改善をすることができ、格段の競争力増強が可能となる。しかし、現時点では、工業プロセスに耐えうる技術はなく、潤滑油の価格を交渉で下げる努力をする程度であり、原油高が予想できる時代には、製造原価上昇要因と二酸化炭素排出による費用負担の大きなリスクを抱えることになる。

エ. 短納期化

電池用金属缶製造プロセスのボトルネックは脱脂兼バレル研磨作業にあった。金属プレス加工能力は5000個/時間/プレス機械あるが、脱脂兼バレル研磨作業の能力はその1/2で、増産能力は脱脂兼バレル研磨作業の効率の違いにより大きく限定されている。脱脂兼バレル研磨作業の寄与を大きく減少させ、プロセスの直行化率を上げ、プレス機械の稼働率を上げることで、増産体制が容易に取れ、顧客生産計画の変更に伴う機種ごとの要求数量の増減に対応する自由度が増すこともできる。

オ. 環境配慮

川下製造業者は環境改善と事業の社会性を意識し、ISO14001の基準に従った生産活動を行っている。部品納入事業者である我々も独自に同等の環境改善活動を行うことを期待され、川下製造業者からは年々の改善成果を要請され、発注先選定の評価基準にもなっている。

潤滑油及び脱脂剤の使用削減は、排出炭素量の大きな削減が可能となり、工程短縮により、エネルギー消費量の削減にもなる。更に、従来大量に使用する強アルカリ性脱脂剤の廃液処理と水洗用の水道水も不要となり、同時に経済性と環境配慮に大きく貢献する。

この分野での確立した技術はいまだ工業化されたとはいえない。現在、セミドライ加工として、潤滑油の使用量を少なくすることや潤滑油を気化させることで脱脂をしない方法など、低炭素社会に向けた技術としては、中途半端なものしか見当たらない。

ドライ加工を研究するグループは国内にもあり、湘南工科大学 工学部片岡征二教授が主唱し、東京都金属プレス工業会が後援する「ドライプレス振興会」も活動を始めているが、未だ数社の活動で、これから成果が期待される。海外においては、ドイツの主要研究機関と工具メーカーとのタイアップにより、多少先行しているように見受けられるが、プレス加工はほとんど自動車産業に限定され、技術のすそ野を広げるには、日本で広範囲な分野への応用が望ましい。

SLを務める相澤（発明人、出願者）は出願(特願 2010-045110)の特許「炭素系物質除去方法及び該除去方法を備えた部品等の製造方法・リサイクル方法」を利用し、摩耗したナノ積層 DLC コーテッド金型および工具に対する金型・工具再生技術を開発する。膜除去に関しては、前述特許の中でも指摘しているような機械的・化学的除去方法が出願されている。しかし、均一な膜除去、低温での除去処理、過大な基材損傷なしなどの条件を満足するプロセスは、当該技術に限定される。その意味で、国内外他社における特許に抵触する可能性は全くない。

高度化目標

金属プレス加工技術の高度化目標は、以下のとおりである。

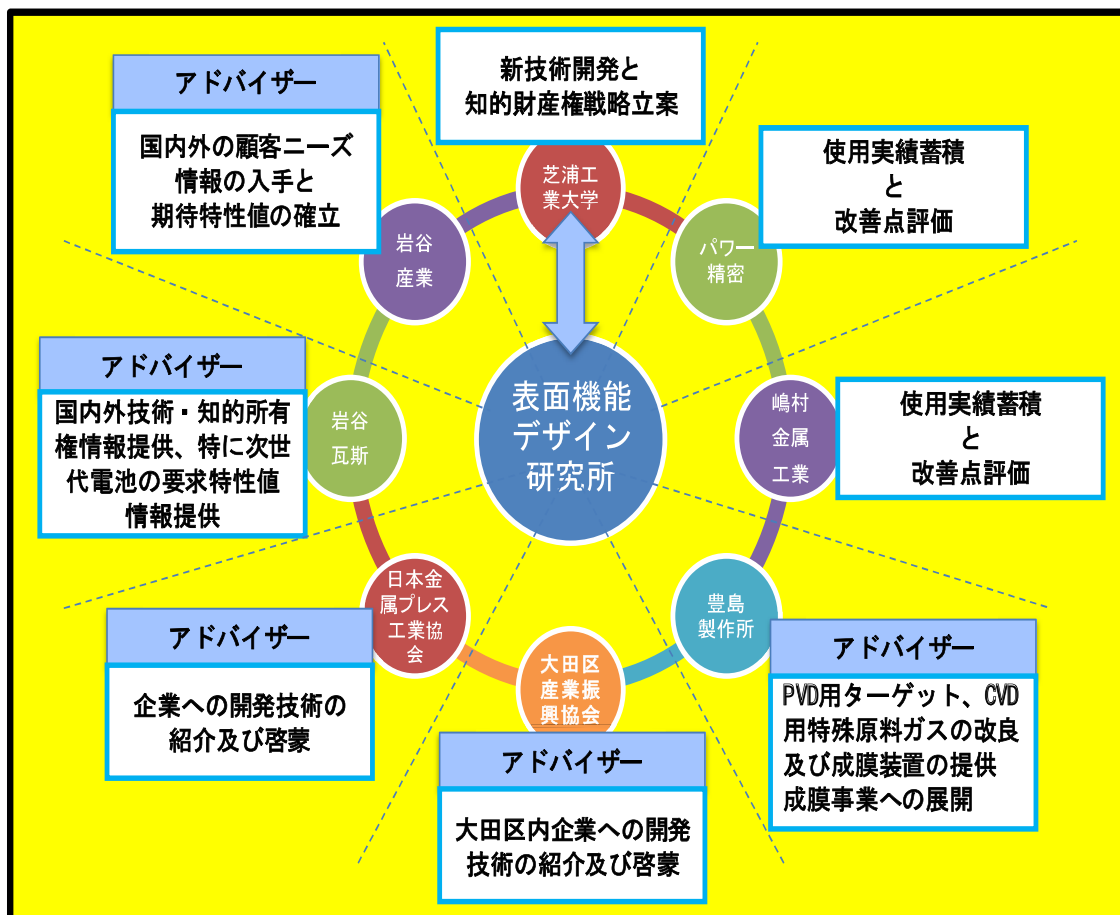
イ. 洗浄工程の削減及び潤滑剤使用の低減 ク. 環境配慮に対応した技術の開発

電池用金属缶などのプレス成形工程には、高速深絞り工程、曲げ+しごき工程、微細部品加工工程などがあり、それぞれの工程に適した潤滑油レスのプレス加工法が求められる。

本事業では、ドライプレスで低摩擦・低摩耗を実現するナノ積層化コーティング手法に注目し、その研究技術を高速深絞り工程、曲げ+しごき工程、微細部品加工工程に適合するように改善・改良する。これにより電池用金属缶プレス成形で消費される潤滑油を、大幅に削減することをめざす。使用する潤滑油の大幅減少は、脱脂剤使用量の大幅削減を直結し、合わせて環境負荷軽減に寄与する。

1-2 研究体制

全体図



1. 電池用金属缶ドライ成形のためのコーテッド金型・工具に係る課題
 - [1-1] コーティング前処理の最適化
芝浦工業大学、表面機能デザイン研究所、東京都立産業技術研究センター
 - [1-2] コーティングレシピの選択
芝浦工業大学、表面機能デザイン研究所、東京都立産業技術研究センター
 - [1-3] 再生コーティング手法の開発
芝浦工業大学、表面機能デザイン研究所、東京都立産業技術研究センター
2. コーテッド金型・工具によるドライプレス加工に係る課題
 - [2-1] 曲げおよびしごき工程のドライ化
表面機能デザイン研究所、東京都立産業技術研究センター
 - [2-2] 多段深絞り工程のドライ化
パワー精密、表面機能デザイン研究所、東京都立産業技術研究センター

[2-3] 微細部品のドライプレス化

島村金属工業、表面機能デザイン研究所、東京都立産業技術研究センター

研究実施共同体概要

1. 特定研究開発等の拠点となる施設（主たる研究開発等の実施場所）

<p>施設名称：大田区新産業創造支援施設 住所：東京都大田区南六郷3丁目15番10号 （事業管理機関の住所と異なる理由：） ※H23年度は、大田区新産業創造支援施設に設置した、開発済みプラズマ清浄化装置、プラズマ除去装置（CVD成膜装置に改良予定）等を中心とした実験を行うが、それに必要なスペースがある。成膜装置は従来通り、東松山市の株式会社豊島製作所のものを借受け使用する。なお、ドライプレス成形実験は各申請者の工場内又は委託先で実施する。</p>
--

2. 研究実施機関

研究実施機関 （機関名）	代表者 役職氏名	連絡先	中小 企業 チェッ ク	法認定 チェッ ク	備 考
株式会社パワー精密	代表取締役 石井 伸子	①所在地 〒110-0014 東京都台東区北上野2丁目5番2号 ②連絡先担当者氏名 代表取締役専務 石井 丈太郎 ③電話番号： 03-3842-6761 ④FAX番号： 03-3844-5287 ⑤E-mail アドレス jotaro.ishii@pwsn.co.jp	○	認定	

<p>島村金属工業株式会社</p>	<p>代表取締役 嶋村 誠</p>	<p>①所在地 〒124-0012 東京都葛飾区立石 4 丁目 11 番 1 号</p> <p>②連絡先担当者氏名 社長 嶋村 誠</p> <p>③電話番号: 03-3691-3156</p> <p>④FAX 番号: 03-3697-0465</p> <p>⑤E-mail アドレス smkn@smile.ocn.ne.jp</p> <p>白井工場 〒270-1402 千葉県白井市平塚 2654-1 電話番号: 047-497-1101 FAX 番号: 047-497-0219 E-mail アドレス smkn@smile.ocn.ne.jp</p>	<p>○</p>	<p>認定</p>	
<p>表面機能デザイン 研究所合同会社</p>	<p>代表社員 森田泰史</p>	<p>①所在地 〒144-0045 東京都大田区南六郷 3 丁目 15 番 10 号 大田区新産業創造支援施設 101 号</p> <p>②連絡先担当者氏名 サポイン担当 吉田尚宏</p> <p>③電話番号: 03-6424-8615</p> <p>④FAX 番号: 03-6424-8615</p> <p>⑤E-mail アドレス nao-y@nanofilmlabo.co.jp</p>	<p>○</p>	<p>認定</p>	
<p>芝浦工業大学</p>	<p>理事長 五十嵐久也</p>	<p>①所在地 〒108-8548 東京都港区芝浦 3 丁目 9 番地 1 4 号</p> <p>②連絡先担当者氏名 デザイン工学部 機能デザイン研究室 教授 相澤龍彦</p> <p>③電話番号 03-6722-2741</p> <p>④FAX 番号 03-6722-2641</p> <p>⑤E-mail アドレス tai zawa@sic.shibaura-it.ac.jp</p>	<p>×</p>		

東京都立産業技術研究センター	理事長 片岡 正俊	①所在地 〒135-0064 東京都江東区青海2丁目4番10号 ②連絡担当者所属役職・氏名 開発本部開発企画室 開発企画担当係長 小林 英二 ③電話番号: 03-5530-2528 ④FAX 番号: 03-5530-2458 ⑤E-mail アドレス kobayashi.eiji@iri-tokyo.jp 城南支所 〒144-0035 東京都大田区南蒲田 1-20-20 植松 卓彦 電話番号: 03-3733-6281 FAX 番号: 03-3733-6235 E-mail アドレス uematsu.takahiko@iri-tokyo.jp	×		
----------------	--------------	--	---	--	--

アドバイザー

機関名又は氏名	所在地又は住所	代表者等
株式会社豊島製作所	〒355-0036 埼玉県東松山市下野本 1 4 1 4	① 代表取締役 木本大作 ② マテリアルシステム事業部 小林晋 ③ 0493-24-6774
岩谷産業株式会社	〒541-0053 大阪府大阪市中央区 本町 3 丁目 4 番 8 号	① 代表取締役 牧野明次 ② 産業ガス・溶材本部 電力・ガスプラント部 日下裕之 ③ 06-7637-3263
岩谷瓦斯株式会社	〒541-0047 大阪府大阪市中央区 淡路町 1 丁目 7 番 3 号	① 代表取締役 吉良佳浩 ③ 技術部 岩下博信 ④ 077-582-6505 (滋賀県守山市勝部 4-5-1 守山事業所内)
社団法人日本金属プレス工業協会	〒105-0011 東京都港区芝公園 3-5-8 機械振興会館 212 号	① 会長 晝田眞三 ② 事務理事 濱中豊 ③ 03-3433-3730
財団法人 大田区産業振興協会	〒144-0035 東京都大田区南蒲田 1-20-20	① 理事長 濱中平一 ② 企業支援グループ 木川玲児 ③ 03-3733-6144

研究従事者一覧

計画名：リチウムイオン電池用金属缶のドライプレス技術開発			
研究実施機関の名称（機関名）：パワー精密株式会社			
研究員等氏名	役 職	研究分担 【サブテーマ番号】	研究に関する経歴
石井 丈太郎	代表(代表取締役専務)	総括	
可知 良昭	主任研究員 (技術部長)	[2-2]	当社昭和 59 年～平成 21 年
横井 一美	副主任研究員 (技術部係長)	[2-2]	当社平成 5 年～平成 21 年
研究実施者の名称（機関名）：島村金属工業株式会社			
嶋村 誠	代表(代表取締役)	総括	
加納 博彦	主任研究員 (生産管理部)	[2-3]	当社(昭和 54 年～平成 21 年)
酒巻 清美	副主任研究員 (製造部)	[2-3]	当社(昭和 54 年～平成 21 年)
研究実施者の名称（機関名）：表面機能デザイン研究所合同会社			
◎森田泰史	代表(代表社員)	総括	平成 22 年～（略歴参照）
黒住修一	研究員	[1-2] [2-2] [2-3]	平成 22 年～
吉田尚宏	研究員	[1-1] [1-2] [2-2] [2-3]	平成 22 年～
研究実施者の名称（機関名）：学校法人 芝浦工業大学			
五十嵐 久也	代表（理事長）	総括	
○相澤龍彦	教授	(1)(2)	平成 7 年～（略歴参照）

Foo Ji n Hoe	研究員	(1)(2)	平成 21 年～
研究実施者の名称（機関名）：地方独立行政法人 東京都立産業研究センター			
片岡 正俊	代表（理事長）	総括	
植松卓彦	研究員	(1)(2)	平成 19 年～ 城南支所 ナノテクノロジー担当
玉置賢次	研究員	(1)(2)	本部 開発本部

1-3 成果概要

[1-1] コーティング前処理の最適化

H22 年度補正予算による研究は従来蓄積してきた脱脂洗浄及びプラズマ洗浄技術に加え、電解研磨による酸化膜剥離との融合を加え、異なる基材の状況に影響されることなく、大きな密着性を得るための研究開発を行う。

出来たこと

- 1-①適性脱脂力の選定 超音波洗浄+脱脂剤の選択+液温度+洗浄時間
- 1-②脱脂時間短縮 電解脱脂
- 1-③純水による脱脂剤及び汚れ除去
- 1-④アルコール乾燥による乾燥時間の短縮と汚れ防止
- 2 電解研磨と化学研磨
- 3 プラズマ洗浄
- 4 真空乾燥

以上の工程に基づき、基材及び表面の状態毎の脱脂・洗浄レシピ及び評価方法を作ることができた。

出来なかったこと

電解研磨においては、電解研磨液選択が正しくなく、期待する成果が出なかったが、化学研磨により代替機能を見出し、今後は化学研磨を中心に研究する。化学研磨での化学反応速度と程度については、さらにデータを採取する必要がある、今後の研究成果に期待する。

[1-2] コーティングレシピの選択

H21 年度は、スタートレシピとして、DLC から始め、CrN をインターレイヤーとして採用した。H22 年度は、密着度と耐久性の向上のための手法として、DLC や CrN と共に、チタン(Ti)やタングステン(W)のインターレイヤー創成と炭化物、窒化物(水素/窒素混合ガスプラズマ窒化)による化合物層の種類・厚さ等の制御技術を開発し、50GPa 以上の高硬度層の創成を行う。摩擦摩耗試験で 100N 負荷で摩擦係数 0.2 以下を 3600 秒達成させることをめざす。

更に、複雑形状に成膜をするために、磁力付与による円筒形内部への成膜をめざす。

出来たこと

CrN でのインターレイヤーをつけ、成膜温度を成膜装置の表示で 250°Cにおいて、摩擦摩耗試験で 100N 負荷で摩擦係数 0.2 以下(0.15)を 3600 秒達成することができた。

又、磁力付与により、アスペクト比(円筒の内径と内部への成膜深さ)1.0 を達成した。

出来なかったこと

密着性において、もう少しの工夫が必要。

[1-3] 再生コーティング手法の開発

H21 年度は、被膜除去装置の設計と製造により、研究手段の完成をめざした。

SL を務める相澤(発明人、出願者)の出願(**特願 2010-045110**)特許「**炭素系物質除去方法及び該除去方法を備えた部品等の製造方法・リサイクル方法**」を利用し、

H22 年度は、前処理と同じように装置機能の習熟から始まり、Ar プラズマによる被膜除去

処理の基礎データの収集(エネルギー投下量と作業時間及び被膜除去膜厚の測定、チャンバ一内の有効作業範囲の真空度とプラズマ発生密度の相関、プラズマ照射時間と温度上昇)、を行い、平面基材の被膜除去の手法を検証してきた。

出来たこと

プラズマの発光状態から脱膜条件を診断する方法を開発した

出来なかったこと

特になし

[2-1] ドライ工具—転造タップの加工

転造タップに成膜し、アルミ材料を使い、1万回から10万回までのドライ加工をめざす。

出来たこと

凹凸のある傘状の複雑形状であるタップ工具に、成膜することができた。特に、前処理条件や成膜レシピ、特にバイアスの制御が要点となり、実現出来た。

出来なかったこと

ドライタップ加工を1千回まではでき、工具には異常がなかったが、8月31日現在で1万回には至らなかった。

[2-2] 多段深絞り工程のドライ化

H22年度は、黄銅材料による部品をドライプレス連続5万~10万回達成を計画。

出来たこと

黄銅材料での外径6.9mm、製品高さ8.5mm、板厚0.4mmのアスペクト比1:1.23のものを自動トランスファーラインで90SPMの速度を用いプレス加工を行い、5千ショットまで行った。

出来なかったこと

被膜レシピの改良を行ない、金型に被膜を付けたが、生産計画との調整ができず、工場現場での実機検証ができなかった。

[2-3] 微細部品のドライプレス化

H22年度は、黄銅材料による部品をドライプレス連続5万~100万回達成を計画。

出来たこと

従来、かけ流しの水溶性エマルジョン系潤滑油を使用していたが、今回速乾性潤滑油0.1CC/30ショットに削減し、黄銅材料の深絞り加工を180spmで1万回まで加工した。潤滑油の使用量が極端に削減できたことと潤滑油のミストがなくなり、工場の作業環境が良くなった。

出来なかったこと

被膜レシピの改良を行ない、金型に被膜を付けたが、生産計画との調整ができず、工場現場での実機検証ができなかった。

[3] CVD装置の導入

出来たこと

CVD装置が入り、配管と配線が終わり、機能確認試験を順調に進めることができた。

1-4 当該研究開発の連絡窓口

住所：〒135-0064 東京都江東区青海 2 丁目 4 番 10 号
名称：地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター
代表者役職・氏名：理事長 片岡 正俊
Tel： 03-5530-2111 Fax: 03-5530-2458
E-mail： uematsu.takahiko@iri-tokyo.jp

連絡担当者所属役職・氏名
開発本部開発企画室 開発企画担当係長 小林 英二
Tel：03-5530-2528 Fax: 03-5530-2458
E-mail： kobayashi.eiji@iri-tokyo.jp

第二章 本論

[1-1] コーティング前処理の最適化

1-① 適正脱脂力の選定—脱脂

ナノ積層DLC成膜を行う上で、試料表面に異物や油脂などの被膜の密着性や耐久性に影響を与える要因を除去することが大切である。これはスパッタリングなどのドライプロセスやめっきなどのウエットプロセスを含め、基材表面に被膜を作る場合の基本的な工程で、「前処理」と言われている。我々のドライ加工の研究対象は金型や工具であるが、新作品であれ、現在使用している金型や工具であれ、金型の製造工程や塑性加工において潤滑油を使用する環境から出発している。従って、前処理、(この項では脱脂に限定)において、いかに油脂分を除去するかが、その後の被膜の形成に大きく影響をしていくことは、明らかであり、既にめっきなどのウエットプロセスを中心に、多様な脱脂剤が開発され工業的に利用されている。しかしながら、現実的には、基材形状と油脂分の種類や付着量の変化に対応した脱脂工程をデザインした上で、基材表面の状態を制御する必要があり、単一レシピで全てを網羅できる脱脂手法などない。従って、多くの脱脂手法の特徴や強みを検証し、どのような条件においても対応できる前処理工程の基盤作りを行う。

参考: 前処理の対象

脱脂・洗浄により除去する対象物は多数あり、「金属などの成形・熱処理による酸化皮膜・硫化物被膜、貯蔵・保管による酸化物・炭化塩・硫化物被膜・空气中を飛散するゴミ、灰塵の油性膜への付着、長期保存による潤滑油などの高粘度の油性膜・素手で取り扱いによる指紋お汗のあと、シミなどがある。」(ミスマの技術講座 表面処理講座 金属の洗浄 第293回)

1-①-1 脱脂材の選択

超音波洗浄機との組み合わせで表 1.1.2 に示したように、10種類の脱脂剤を比較した。比較基準は表 1.1.1 の滴下テスト基準に依る。この試験では、防錆油に1カ月以上浸漬させていたSKD11材料を使用し、脱脂剤の種類・混合比及び脱脂時間を変え、脱脂状態を判定した。判定方法は脱脂した基材に蒸留水をスポイトで0.1cc滴下し、液面の拡散の程度を測定し、表 1.1.1 の判定基準に従い、脱脂前後での面積比較を行う。


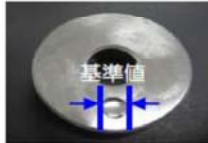
洗浄対象物	SKD11試験片			
洗浄器	超音波洗浄器 (水位ピーカー目盛150cc 水温30° からスタート)			
※ 今回の基準値 5、5mm洗浄前の水滴幅				
				
脱脂の判定基準	純水の滴下による親水性			
滴下方法	テルモ6ml注射器で1滴(0.1cc程度)垂らし 水滴の幅を測定			
判定基準 基準値から洗浄後の水滴の幅の拡大値により 4段階で判定	0%	~50%	~100%	200%以上
	×	△	○	◎

表 1.1.1 滴下テスト基準

脱脂剤の選択に際し、脱脂剤の入手のしやすさ、作業性、排水処理の容易性等を考慮して選択した。

脱脂剤の種類	混合比	脱脂時間		
		10分	20分	30分
A 工業用	水 / 15%	×	×	×
	水 / 30%	○	—	◎
B 家庭用	水 / 10%	×	×	×
C 工業用	水 / 10%	◎	◎	◎
D パラフィン系	100%	×	×	×
E アセトン	100%	×	—	×
F 無水エタノール	100%	×	—	×
G 工業用	C / A10%	○	◎	◎
H 工業用	水 / 10%	○	○	◎
I 工業用	水 / 10%	△	○	○
J 工業用	水 / 10%	×	×	×

表 1.1.2 脱脂材の比較

結果

表 1.1.2 で見るように、「C 工業用脱脂剤」と「G 工業用脱脂剤」が SKD11 機材の場合、10 分の脱脂時間で良好な滴下試験による拡散結果が得られた。

尚、「G 工業用脱脂剤」で表示されている C/A10%とは、脱脂剤 A に C(研磨材入りクレンザー)を沈殿し出す程度に加え、脱脂剤を 10%に水で希釈したもので、攪拌して使用した。

1-②-1 脱脂時間短縮 電解脱脂

一般的な、超音波洗浄機を使用した脱脂方法以外の手段がないかを模索し、電解脱脂法を検討する。

電解脱脂とは、電解液中で金属素材を陰極又は陽極として電解することで、処理される金属が陽極であれば、その素材表面から酸素ガスが発生し、陰極であれば、その素材表面から水素ガスが発生する。このような酸化還元の化学作用及び発生ガスの攪拌作用により、物理的効果が期待でき、短時間に高度な洗浄面が得られるとされており、その効果を検証するために実験に入った。

電解脱脂：電解脱脂液 液温 60° 電流値 3A 試料を陰極とする

滴下方法: マイクロピペット使用 純水 10μℓで滴下

脱脂 洗浄前 水滴 25mm² → 脱脂洗浄後 水滴 64mm² 拡散率 256%

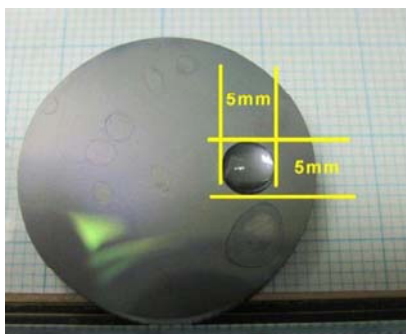


写真 1.2.1 脱脂洗浄前

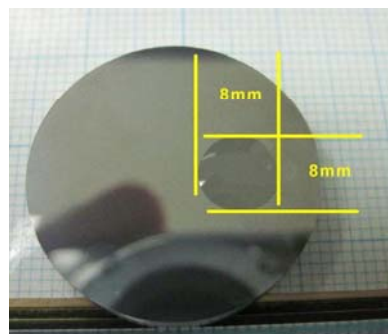
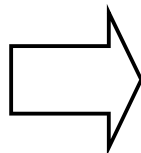


写真 1.2.2 脱脂洗浄後

結果

電解脱脂法では1分程の作業時間で超音波振動を付与した脱脂より20%以上の脱脂効果が認められ、更に時間短縮となった。

液温度	洗浄前			洗浄後			拡散率
	横	縦	面積	横	縦	面積	
30°	5mm	4.5mm	22.5mm	7mm	7mm	49mm	218%
40°	4mm	5mm	20mm	7mm	7mm	49mm	245%
50°	4mm	4mm	16mm	7mm	7mm	49mm	306%
60°	4mm	4mm	16mm	7mm	7mm	49mm	306%

表 1.2.1 滴下検証結果

結果

拡散率は30℃でも218%あり、「表 1.1.1 滴下テスト基準」に従うと、「良好」と言える。しかしながら、50℃を超えると、拡散率が306%と「より良好」となり、液温の上昇に伴う優位性が明らかである。

現実には、試料表面の油汚れの状態が一定であるだけでなく、見た目では判定しづらいことが多く、電解脱脂基準を安全サイドの液温度は60℃で処理する事にする。今後、エネルギー消費量と脱脂品質とのバランスを考え、両方の要因を満足させる条件設定を課題とする。

1-③ 純水による脱脂剤及び表面汚れ除去ー洗浄

脱脂工程では油脂分は除去されるが、種々の汚れまで取る機能はない。脱脂後の試料表面には脱脂剤残滓が附着していることが多く、残滓成分は判らないので、次工程への影響が特定しにくいのが現状である。また空気中に浮遊する繊維くずやゴミなどの汚れも附着している可能性もあり、洗浄作業が必要である。従来は水道水を使用していたが、水道水には塩素やカルシウムが含まれており、洗浄したつもりが試料表面にそれら成分が附着している事の可能性は否定できない。そこで純水装置を導入し、洗浄液の稀釈溶液に使用するほか、純水による洗浄を行い汚れ等の除去をする。洗浄工程は純水への浸漬及び物理的手法として純水による超音波洗浄又はシャワーによる水圧を利用した方法があり、その組合せで基材の種類や形状により、適切な方法を選択する。

超音波洗浄を行う場合、純水を使用し三段階で行うことで汚れの持ち込みを最小限にする。また、シャワーを使用する時は、純水の容器に浸漬させ、軽く振った後、シャワーを基材面に強く当てる方法を採用する。どちらの方法を採用するかは、基材の形状(複雑形状か平板か)などの条件を加味して決定するが、洗浄方法の妥当性については、事前に脱脂工程をしたプレパレートを使用し、洗浄後目視確認で汚れがないかどうか判断した。

1-④ 湿式による表面活性化

脱脂・洗浄(油脂分・脱脂剤の残滓・汚れの除去)をした後に、基材表面に付着する酸化皮膜及び硫化皮膜層の除去を行い、金属面を出すことにより皮膜密着性を確保するために行う活性化処理で、特別に建浴した活性化液への浸漬により行う。

銅・銅合金及び鉄・フェライト系鋼用活性化処理液を採用することで、成膜の状態が劇的に改善された。尚、当初は稀釈塩酸水を使用していたが、被膜剥がれが多発し、健全な被膜形成が全くで

きなかった経緯がある。

1-⑤ アルコール乾燥による乾燥時間の短縮と汚れ防止

脱脂及び純水超音波洗浄工程、湿式活性化終了後、IPA (isopropyl alcohol) アルコールを3回処理で乾燥と汚れ防止を図る。

乾燥方法としては、加熱・送風乾燥、遠心力回転乾燥等もあるが短時間(1分以内)の処理は難しい。逆に乾燥中に空気中の汚れなどが付着する危険が高く、基材の清浄度を高める方法としては不向きと判断した。それに比較し、アルコール乾燥は前工程で水分が付着した基材を IPA アルコールに浸漬し、手で揺動させることで、付着水分が容易にアルコールへ溶解させることができ、基材から水分を短時間で取り除くことができる。ただし、三回目のアルコール浸漬後、速やかに液分を気化させるため、ドライヤーや温風乾燥機を使用することで、時間短縮をはかった。プレパレートによる乾燥確認を行ったが、試料表面に汚れが付着することなく、短時間で乾燥状態になることを確認。ただし1槽による処理だけでは、液中の溶解水分の管理が難しく、毎回新液を使用する以外にない。従って、将来の生産効率を考慮した場合、3槽を使用し、品質維持と生産性及び経済性をはかった。

2 化学研磨と電解研磨

化学研磨は電解研磨のように電気を使うことはなく、酸・アルカリに塩類を混合した液に、金属又は合金を浸漬して光沢ある平滑面をえるという方法で、電解研磨は、研磨しようとする製品を陽極として電解溶液中に浸漬し、陰極との間に直流電流を通じ、陽極に平滑性と光輝表面を与える方法。この時、電流は凸部に集中するので、微少な凸部から優先的に溶解が起こり平滑化が進むと言われている。又、本研究においては、金型等製造時に予め物理的研磨工程が入っている場合が多いものの、形状が複雑な金型では磨き漏れ箇所があることも予想され、金型表面を均一に研磨する工程を前処理に組み入れることにより、被膜密着性と耐久性を向上させる要因になるものと想定した。また、化学研磨と電解研磨とのそれぞれの優位性も含め検証する。

2-1 : 化学研磨

:

BOD(ball on disk)摩擦摩耗試験 測定結果は表 2.1.1 に見るように、T1107-001 化学研磨処理時間 60 秒の試料は僅か数十秒で DLC 表面が剥離してしまった。T1107-003 処理時間 600 秒のものは摩擦係数 0.2 以下にも関わらず上下の振幅が大きく、高耐久性被膜とは言えない。T1107-002 処理時間 300 秒のものは振幅も少なく、最大 0.17 前後で推移し、T1107-003 に比較し、より耐久性の高い被膜が形成されたと言える。

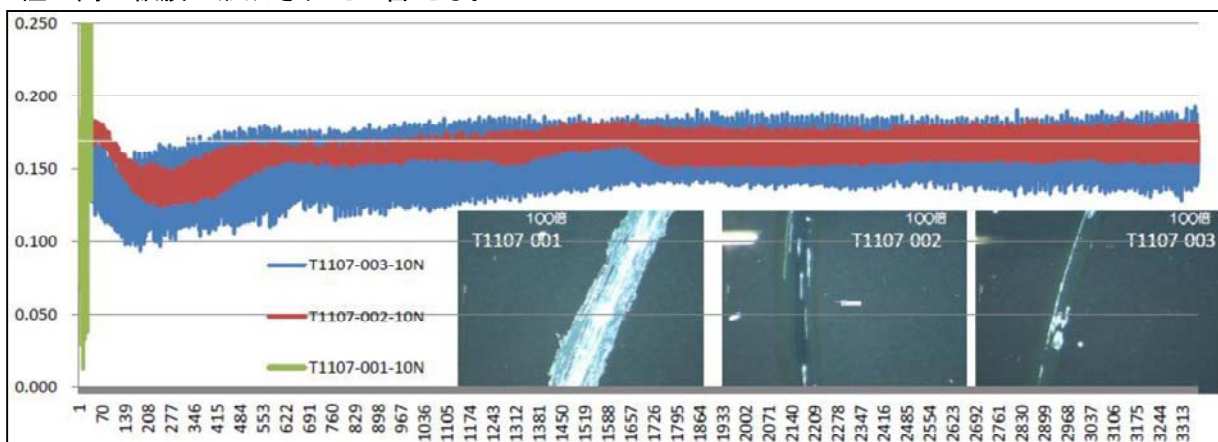


表 2.1.1 BOD測定結果

BOD の試験条件 荷重 10N,速度 150mm.sec.測定時間 3600sec. SUJ-2 3/16in=4.76mm 球使用
 BOD ボール痕跡写真 (100 倍拡大写真) を見ると、剥離の様子が分かる。

2-2 電解研磨

電解研磨液への浸漬時間を T1107-004 は 60 秒、T1107-005 は 300 秒、T1107-006 は 600 秒とした。
 試料として超硬金属 TH-10 を使用し、成膜条件と BOD 測定条件は化学研磨適正時間検証試験と同じ。

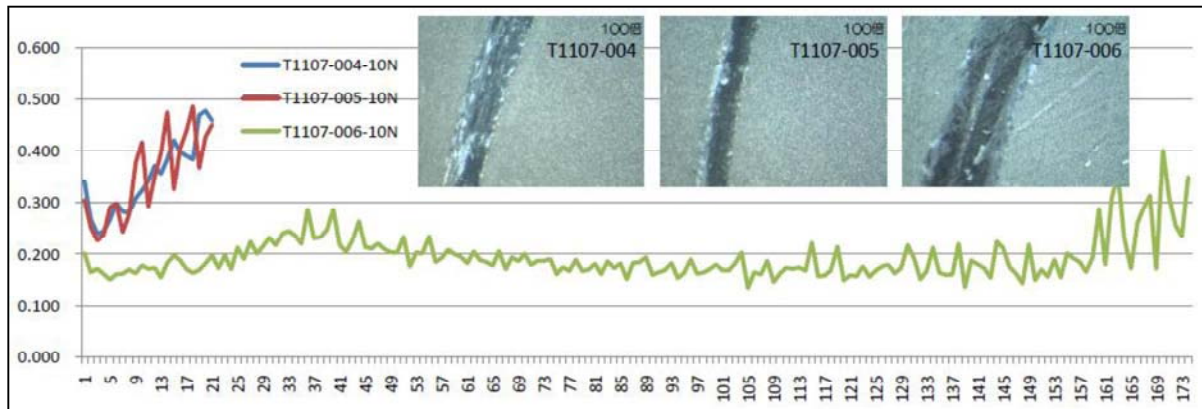


表 2.2.1 BOD測定結果

表 2.2.1 のように 3 個の試料全ての結果は短時間で被膜剥離が見られ、被膜耐久性が良くない。
 T1107-006 研磨処理時間 600 秒のものがろうじて 160 秒保ったように見えるが、実際には 35 秒前後で膜が剥離したと考える。

化学研磨と電解研磨の有効性比較

二つの研磨方法を比較した結果、TH-10 超硬材処理では化学研磨の方が良い結果を出した。実生産段階になれば、表面が粗い基材を今後成膜していくことがあり、少しでも表面の平滑化、脱脂及び洗浄レベルの向上を図り、被膜の密着性と耐久性の向上を探求するうえで、研磨処理は有効な手段と認められる。また、電解研磨はその対象金属もアルミニウム・ステンレス鋼・銅やその合金に限られ、被加工材料の種類・純度・組成・熱処理などの加工履歴に影響を大きく受けることが判明。電解研磨液の選択が重要であることが分かる。

2-3 : 化学研磨工程と電解脱脂工程のみのBOD測定比較

化学研磨による基材の平滑処理をした試料と電解脱脂のみで研磨処理をやらす更に表面活性化処理も行わない試料とで表 2.3.1 のように摩擦摩耗試験の比較を行った。

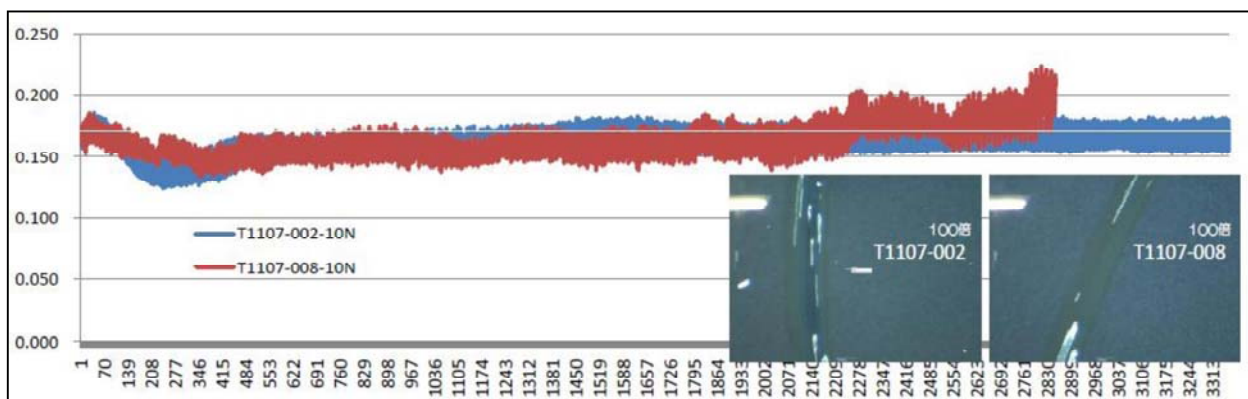


表 2.3.1 BOD測定結果

1 時間連続の BOD 試験結果では、化学研磨した試料 T1107-002 は安定しているが、電解脱脂工程のみの T1107-008 は表 2.3.1 に見るように 2000 秒を超えたあたりから振幅が激しくなり、2800 秒で測定が止まっている。これは、摩擦係数が 0.2 を上回った場合自動的に測定を中止するように設定してあり、その機能が発動したものの。ちなみに、T1107-002 は 3600 秒の段階で、摩擦係数の中心値が 0.16 程度。これから比較しても、化学研磨した試料 T1107-002 の優位性は確認できる。電解脱脂をしたうえで化学研磨をした被膜の方が、電解脱脂のみの被膜より、耐久性があると認められる。

3 プラズマ洗浄

プラズマ清浄化装置は既に平成 21 年 4 月から使用しており、基準レシピは完成している。

プラズマ清浄化は、真空環境において、主として Ar ガスのプラズマを励起させ、そのイオンを基材に物理的衝突を起こさせ、基材表面の酸化物などを除去する作用がある。

従来は金型材料や樹脂などの材料を対象にプラズマ清浄化を進めており、条件の最適化を図ってきたが、今回、超硬金属 TH10 に対してのプラズマ清浄化は初めてとなる。



写真 3.1.1 プラズマ清浄化

しかしながら、超硬金属 TH10 については、長い間、プラズマ清浄化の条件だしが出来ずにいた。

表 3.1.1 の情報から Co 量が少ない HTi10 においても、かなりの空孔が認められ、表面が鏡面仕上げであっても、ミクロ観察をすれば、下記写真のようになっていることが判明。密着性をよくするための対策としては、①毛細管現象で空孔に侵入する油脂や脱脂剤もしくは洗浄水を固体から排出する工夫をする。②バインダーである Co が Ar プラズマのイオン衝突による影響がどのようにあるのかを検証する。

超硬金属においては、プラズマ洗浄をやめ、液体への浸漬時間を極力短くし、侵入した液体を排出する手段を講じることが望ましいことが、成膜実験後のテープテストを重ねることで判明。

真空乾燥工程を新たに創出し、真空環境において、加熱し、①-② 侵入した液体を排出する手段を講じることにした。

THi10 の組織写真		組織写真
Co量	6mass%	
粒度	<1.0μm	
合金特性		
硬さ (HRA)	92	
抗折力 (GPa)	3.2	
韌性 (MPa·m ^{1/2})	6.8	
比重	14.9	

表 3.1.1 Co 量及び比重と顕微鏡写真 (三菱マテリアルホームページから掲載)

4 真空乾燥

真空乾燥は基材表面及び基材内部に含浸している液体を、真空引きと基材への加熱により表面に浮き上がらせ、排出する方法。

真空乾燥と条件

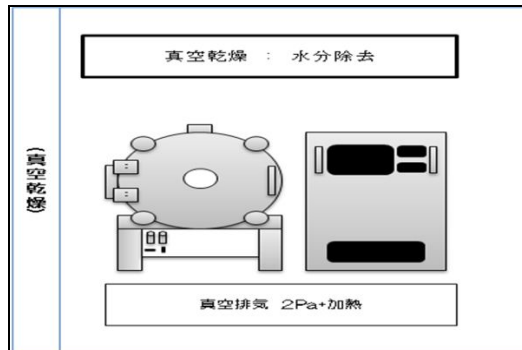


図 4.1.1 真空乾燥手順

前処理後、プラズマ表面処理装置を利用し、基材挿入後、真空排気をしながら加熱し、一定時間保持する。

条件

図 4.1.1 を使用し、1 時間から 3 時間の間、真空乾燥を行う。

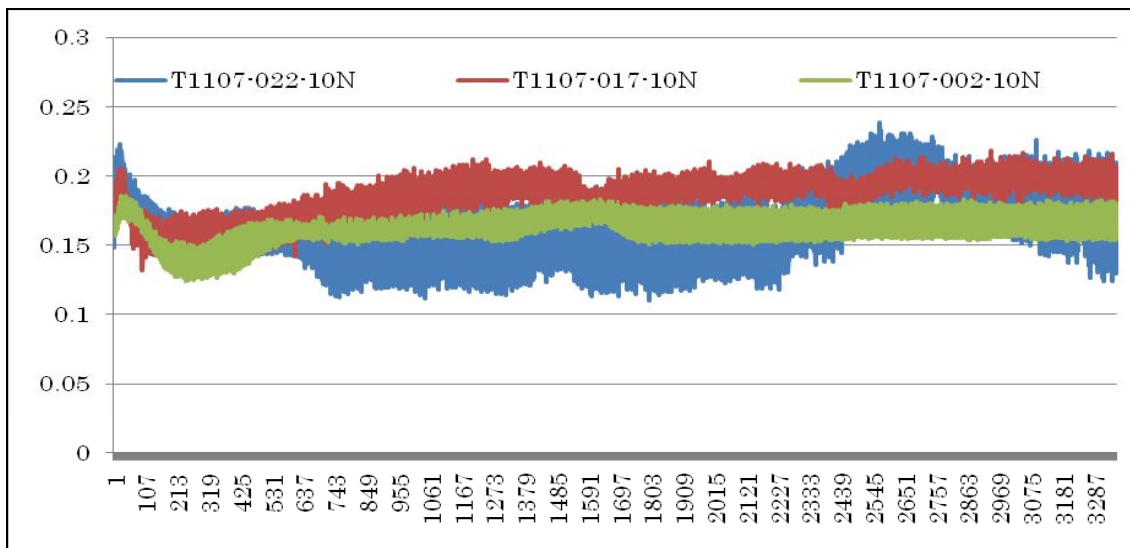


図 4.1.2 BOD測定結果

図 4.1.2 の T1107-002 に見られるように、200℃で 3 時間保持したものが良好な摩擦係数を示している。その他の試料は摩擦係数の振幅が大きく、安定した状態とは言えない。

前処理全般の総括

電解脱脂、純水洗浄、アルコール乾燥、化学研磨については、十分に成果が上がり、基本レシピを確立できた。電解研磨については、電解研磨液を吟味する必要があることが判明。当面は、化学研磨を中心に研究を継続する。また、プラズマ洗浄が原因で、超硬金属に健全な被膜形成ができなかったが、新たに真空乾燥という手法により、解決できたことは大きい。

[1-2] コーティングレシピの選択

1. 計画：インターレイヤーの選択

Crは基材とDLC主層をつなぐインターレイヤー(中間層)金属として密着性に有効なことは数年来の我々の研究や幾多の文献からも判明している。またCrは複雑形状の基材にも良く附着し、形状依存性が少ないことや基材の表面粗さにも影響されにくい特徴があることを我々の多数の成膜実験により検証している。しかしながら、高耐久性が求められる被膜を作る上では、DLC主層のみならず、より高いインターレイヤー被膜の硬度を上げることが最適であると考えられ、本研究はインターレイヤーの金属クロムを窒化させることを含め最適レシピの作成を行う。

金型の表面粗さの違いにより、プレス絞り加工において被加工材がDLC膜表面に与える面圧も異なる。表面粗さが大きければ凸表面は被加工材との接触面積が小さくなり、結果的に凸頂点に面圧が集中する。従って、被膜剥離の可能性を避けるために、高い面圧に耐えるように凸部の頂点にCrの膜を厚く成膜し、凸部先端部の面圧を分散させることをデザインした。本来は超硬材の面粗さを極力小さくする為、機械的磨き工程もあるが、化学的研磨処理で凸頂部を成膜前に平滑化することが望ましい。しかし経済性の問題や超硬材質の差もあり、当座はCrでの凸部保護を行うことにした。

本実験に使用されるプレス絞りダイは、パワー精密、島村金属の両社が自社の金型設計基準に従い製作したものであり、JIS分類でV40~V60の種類が使用されている。この材質は一般的な種類であり、両社からの情報では表面粗さ0.4s付近が多く、求める絞り加工の程度により0.2s近くの金型もあるが、表面粗さ0.4sを基準と考え、インターレイヤーの厚みを100nmとした。

2. DLCコーティングレシピの選択

ナノDLC積層膜を成膜する上で、高耐久性を得るために、硬い被膜(sp3リッチDLC被膜・・・アモルファス炭素の中でも、比較的炭素原子の立体構造が多く含まれている硬質炭素被膜)を作ることが要点で、その為に積層条件をどのように設定するかが重要な課題となる。その為に、スパッタ圧を制御し、DLC基本膜として5nm 200層：目標厚み1 μ mを出発点とした。

(CrN 30 μ m DLC膜 5nm 200層：目標厚み1 μ m)



写真 1.2.2.1: 成膜直後のダイ内径

主膜スパッタ圧力は0.2Pa 台上方に留めて成膜した方が、内壁に膜が付き易いことが判ったので、ここではスパッタ圧を0.2Pa 台上限を狙いレシピを改造した結果、写真1.2.2.1のとおりダイ内径に均一に成膜が可能になった。ピンセット判定においても、内径部に傷が付かず、第一段階においては、一定の成果が出たと評価する

第二段階として、内径部に成膜部位を集中させるために磁石を用いて内径成膜の強化を図ることにする。

3 PVDによる複雑形状や円筒内部への成膜—磁界付与

産業界で使用される金型は塑性加工する最終形状に従って、複雑な形状（凹凸など）を持っている。特に、PVDにおいては、円筒形内部にスパッタされたカーボン粒子が入り込むことが難しく、PVD技術においてはターゲットと平行な基材表面及びその周辺の一部のみにしか成膜しかできないと言われている。本研究においては、その課題を克服するために、磁界付与により成膜する手法を研究する。

複雑形状より試料平面部には膜が良く付くことが分かっているが、本研究の一環としてプレス絞り加工においては金型の円筒部内壁の滑り性が最も重要な加工要素を持っており、そこに平面部と同じ膜質が要求される。種々文献の中でマグネトロンがあり、図 1.2.3.1 のように磁界を加えることにより放出された電子が曲がることが判っている。

マグネトロンの原理と電子の動き

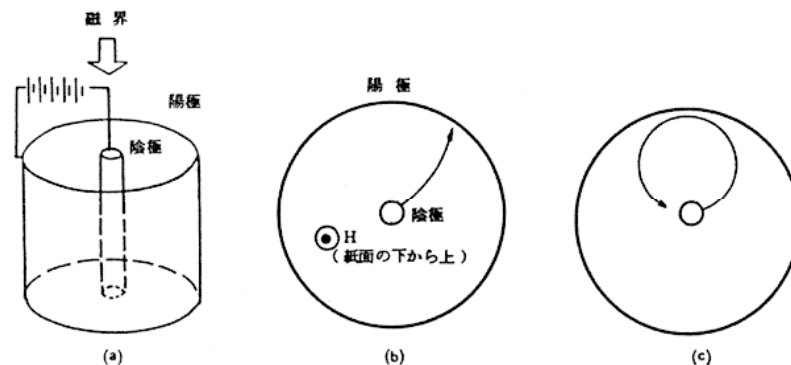


図 1.2.3.1: マグネトロンの原理

両電極の間に一定で、かつ、均等な磁界を掛けると、放出された電子は磁界の作用で図 1.2.3.1 (b) に示すように曲げられて陽極に向かう。この曲がり方は、いわゆるフレミングの左手の法則に従い、人さし指を磁界の方向、中指を電流の方向（電子の動きとは逆）とすると、電子に働く力は親指の方向となる。そして、その曲がり方は加えられている磁界の強さが強いほど大きくなり、電界（陽極に掛かっている電圧）が高いほど小さくなる。

従って、磁界を強くしていくと、図 1.2.3.1 (c) に示すように電子が陽極に到達できなくなって陰極に戻るようになる。（日本財団図書館、「マグネトロンの原理」より抜粋）

この原理を応用し、ターゲットと試料の間にマグネットを設置するか、試料そのものを磁性化することで、プラズマを曲げて試料の側面や凸凹面にカーボン粒子を附着させることが出来ないかと

考えた。成膜装置の中に通電させる構造とはなっていないことや、成膜時に加温し 200°C 近くまでになるので、成膜庫内に電磁石を設置できず永久磁石設置を代用することとした。

3-1 : マグネットレンズ方式成膜

図 1.2.3.2 のようにターゲットから放出されたカーボン粒子をマグネットレンズ方式にて集約させ、ダイ表面及び内壁に成膜する方式を採用した。

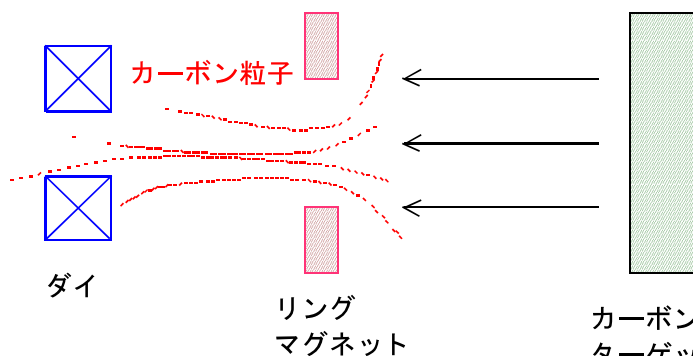


図 1.2.3.2 : マグネットレンズ方式イメージ図

この方式に於けるパラメーターとして、先ずマグネットの種類がある。マグネットはフェライト、ネオジウム、SmCo (サマリウムコバルト) 等があるが、成膜温度 (成膜庫内温度約 170°C) を考慮し、最高使用可能温度が 200°C あることや取付スペースに限界があるので小型マグネットしか使えず、更に小径孔成膜でも強い磁力が必要、といった要素を考慮し、SmCo リングマグネットを基本として使用した。但しマグネットの治具への取付や必要とされる大きさによりフェライトリングマグネットも使用することにした。フェライトマグネットの場合、最高使用温度が 100°C 前後なので耐久力は期待できないが、劣化したら安価なので新品と交換することとした。

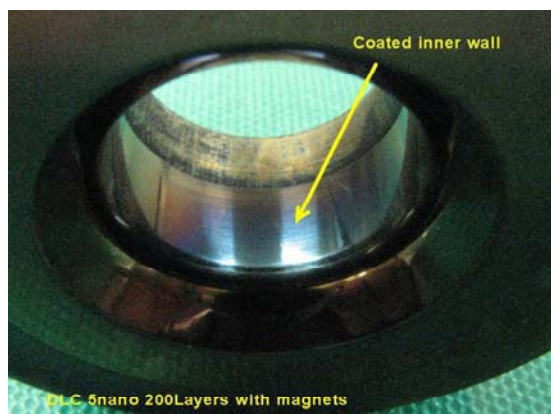


写真 1.2.3.1 に見られる通り、ダイ R 部及び内壁に DLC 積層膜が形成された。内壁の膜色はまだ濃青色で膜が薄いことを示しているがマグネット無しの時と比較し、格段に成膜が向上していることが判る。

被膜硬さは写真 1.2.3.2 で見るように、この方式でもピンセット先端コスリにより内径部

写真 1.2.3.1 : 内壁 DLC 成膜。青色が見えるが、超硬深部まで成膜されていることが判る。



写真 1.2.3.2 ピンセットこすりによる傷痕

ダイ滑り込みR部及び内径壁に集中的に成膜が可能となり、ターゲットに平行な表面は全く問題なく成膜出来るが、写真 1.2.3.2 のように、ピンセットのこすりで痕跡が残り、被膜をつけたい円筒部内壁への成膜へは期待する被膜特性が得られず、一層の改善が必要で

3-2 : ダイ自体の磁性化による成膜

内壁成膜ではどのようにカーボン粒子を内壁に呼び込むかの手法を作り上げる必要がある。そこで、ダイ自体を磁性化し、カーボン粒子を内壁に誘導する方式を採用。

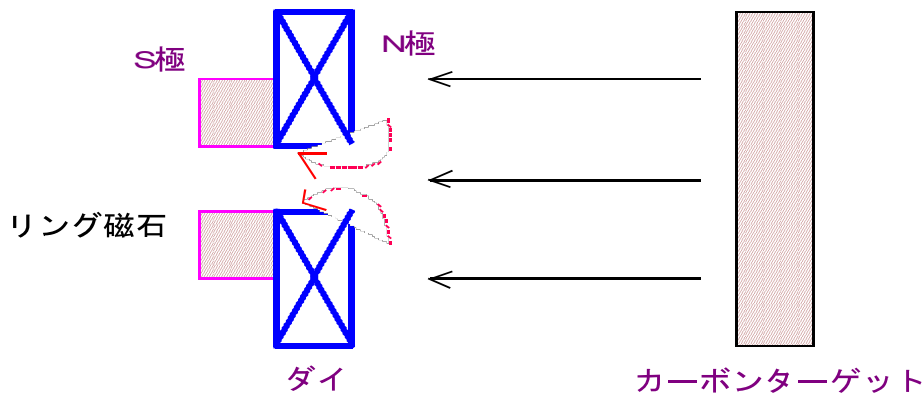


図 1.2.3.3 : 磁性化成膜イメージ図



写真 1.2.3.3: 内壁のDLC膜が成膜された様子。この段階で内壁をピンセット先端で強くこすっても痕跡が薄く残るだけになった。

今まではダイ内径Φ24で行ってきたが、次にダイ内径Φ4(写真 1.2.3.19)の成膜実験を行った。

結果

超硬部内壁ストレート部 4 mm 全部に渡り膜が形成され、同じくピンセット先端こすりでも全く痕跡が付かなくなった。



写真 1.2.3.4 のΦ4小径の内径にも DLC 積層膜が成膜された。特に内壁をピンセット先端で強くこすっても傷痕が付かず、これで初めて内径成膜と表面成膜の膜質が同等に近づいたと云える。

写真 1.2.3.4: Φ4 小径ダイ2個割り

次にインターレイヤー項目の中で述べた通り、インターレイヤーの見直しを図って、Cr の厚みを増し(約 100nm)、耐久力を上げる成膜を開始した。



写真 1.2.3.5: ダイ#1
内壁も同黒色に成膜



写真 1.2.3.6: ダイ#2、逆テーパ型
逆テーパ部へも濃青色で成膜。

写真 1.2.3.5~1.2.3.6 に示す通り、インターレイヤーCr 層の厚膜化の結果、#1 ダイ表面の黒色が鮮やかに見えるようになった。また内壁ストレート部も黒色となった。しかし#2 ダイは逆テーパになっており、その部分はやはり色が濃青色で膜厚が薄いことが予想される。しかしスパッタ裏側とも云える逆テーパ部署に成膜が出来たことは、より複雑形状への PVD 成膜が可能になるこ

とが予想される。



写真 1.2.3.7:WC 内壁成膜状況
最深部に濃青色が見えるがピンセット
こすりでも傷痕付かない。

写真 1.2.3.7 に示す通り、内径対深さ比（アスペクト比）1 : 1 は確実に実現したと言える。また基本的に、本研究の目的の一つである内径成膜をクリアーし、写真 1.2.3.6 にも見られる通り、逆テーパ側にも膜厚が薄いながら成膜出来たことは複雑形状成膜への道を開いたと言える。

[1-3] 再生コーティング手法の開発

ドライプレス加工のトータルコストを大幅に低減するには、工具・金型基材の高精度を担保しつつ、適切なプレス回数で、コーティングを再生し、工具・金型のリサイクルすることが必須である。すでに、研究者らは酸素プラズマアッシングによりDLCコーティングの完全脱膜技術の確立に成功している。その成果は、論文1-3)により報告している。ここでは、プラズマアッシングのその場診断から、アッシング挙動をモニタリングし、脱膜処理対象となるコーテッド金型・コーテッド工具が、その形状寸法の大・小あるいは膜厚などの機能パラメータに関係なく脱膜されていく過程を客観的に記述することで、当該アッシングプロセスの完全脱膜を保証できることを報告する。

1. プラズマ診断によるプロセスの最適化手法開発

プラズマアッシングプロセスのその場診断は、図1.3.1に示すシステムで行う。プラズマアッシング装置の上部観測窓を介して、酸素プラズマあるいは酸素-アルゴン混合プラズマ状態（発光分布）を、実時間で測定する。計測では、発光度に応じて入射角度を制御することともに、分光装置の計測パラメータを最適化することで、高精度の応答性を確保する。

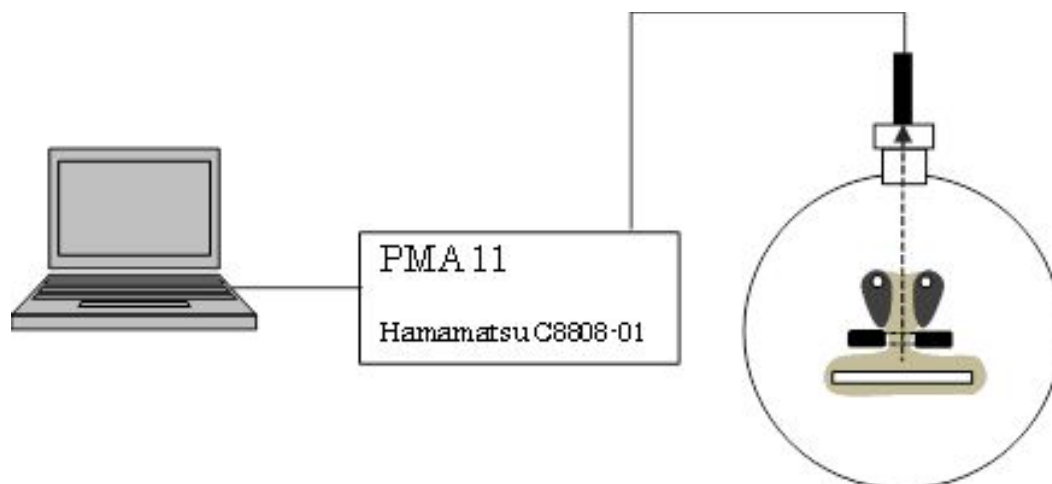


図 1.3.1 プラズマアッシングプロセスのその場診断システムの概要。

実験では、サンプルを用いずにプラズマ発光分析から、アッシングに用いるプラズマ状態を、最初に計測する。代表的な酸素プラズマ発光状態を図1.3.2に示す。プラズマ内部では、真空容器内に導入する酸素ガスをプラズマ化することによって、プラズマを構成している活性核種ごとに、特定の波長でピークをもつプロファイルが得られる。図1.3.2の場合、低波長サイドには、酸素分子の活性核種が中心の発光スペクトルが観察されるのに対して、高波長サイドでは、酸素原子ならびに活性化酸素原子のスペクトルが支配的となる。特にピーク強度が両者で大きくことから、当該アッシングプロセスで用いる酸素プラズマでは、酸素原子および活性化酸素原子が支配的となることがわかる。

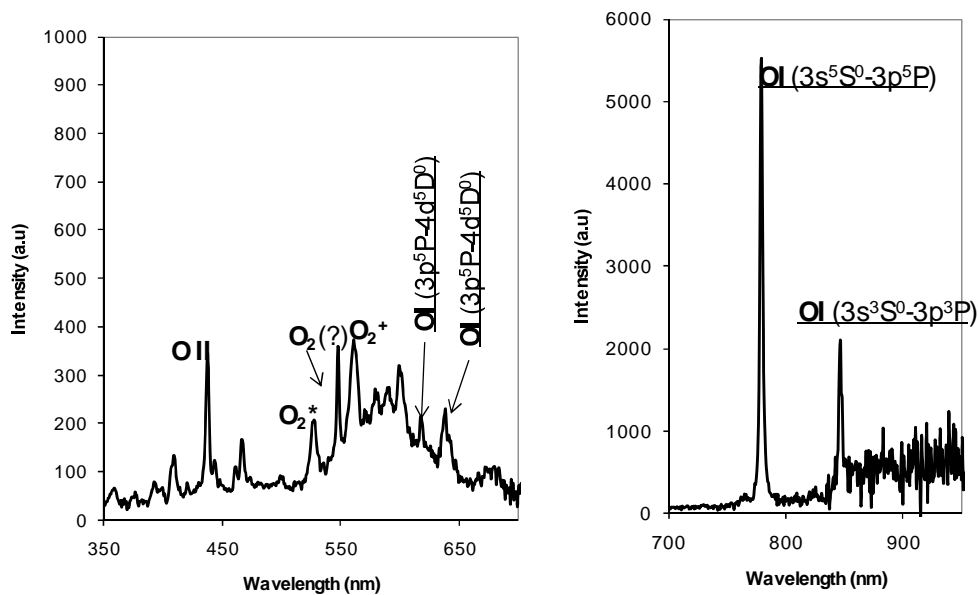
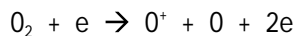
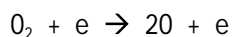
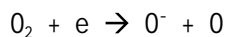
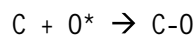


図 1.3.2 代表的な酸素プラズマの発光スペクトラム。

この酸素原子ならびに活性化酸素原子がプラズマ全体を特徴づけている理由が、プラズマ内で、常に下記の反応が生じていることを示唆している。すなわち、



のように、供給された酸素分子とプラズマ内で発生した電子との反応により、多くの酸素原子、活性化酸素原子ならびに酸素イオンが生成される。これらの制御酸素グループ（すなわち、酸素原子・活性化酸素原子および酸素イオン）は、DLCコーテッド工具・金型にフラックスとして、プラズママシースから供給されると、コーティング中のカーボンと以下のような反応で、DLCコーティングの脱膜が促進すると考えてよい。



ここでC-Oは弱い結合をもった一酸化炭素分子である。このことが事実であれば、プラズマ診断で用いて発光分析スペクトル中に、一酸化炭素分子に特徴的な発光ピークが観察されることが想定される。図 1.3.3 に、DLCコーティングのアッシングプロセス中にその場観察した発光スペクトルを示す。

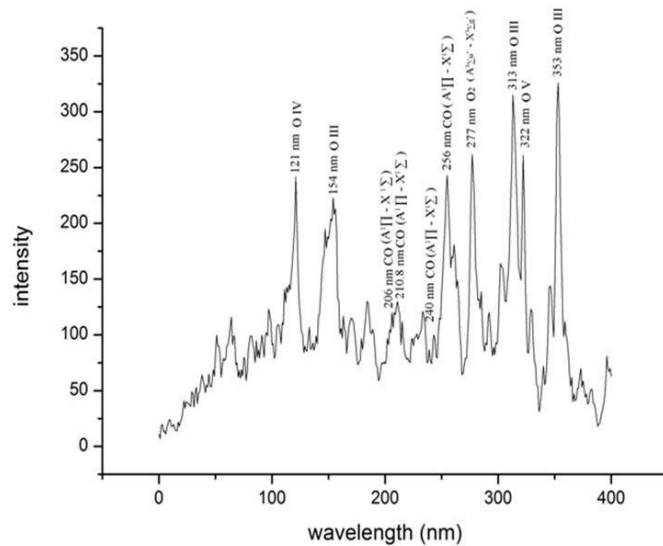


図 1.3.3 アッシングプロセス中にその場測定したスペクトル。

波長 206 nm, 210.8 nm, 240 nm, and 256 nm において明瞭な C O 由来のピークが観察される。このことから、制御酸素と DLC コーティング中の炭素が直接反応することで、アッシングプロセスが進行することが明瞭となった。

このピーク高さが時間的に変化する、一定値以下に減衰すれば、アッシングすべき DLC コーティングが完全に脱膜されたことになる。したがって、発光スペクトルを実時間モニタリングすることで、リサイクルする工具・金型の形状寸法に関係なく、その完全脱膜を保証することができる。

【参考文献】

- 1) T. Aizawa, et al.: Recycling of Used DLC-Coated WC/Co Dies for Practical Dry Stamping. Abstract, ICMCTF-2011 (2011) 46.
- 2) 相澤他：ナノ構造化 DLC コーテッド工具によるマイクロドライプレス成形
(第5報 プラズマアッシングによる DLC 脱膜挙動とその評価) 日本塑性加工学会連合講演会論文集。(2011)。
- 3) 相澤他：高密度プラズマ技術による炭素系素材のエッチング・アッシング。芝浦工業大学紀要 (2011)。

[2-1] ドライ工具—転造タップの加工

本研究においては、転造タップのドライ化を計画した。[2-2]多段深絞り工程のドライ化、[2-3]微細部品のドライプレス化では、自動トランスファーラインプレス加工を90~180spmの高速で行っている。今回の研究対象の深絞り部品にはタップ加工の指定はないが、一般的な曲げ加工部品にはタップ加工を必要とするものが数多くある。その場合、最近の製造工程では、自動トランスファーラインプレス加工のみならず、自動プログレッシブプレス加工においても、コスト削減のため、プレス加工工程中にタップ加工を同時に入れる技術が発達し、プレス加工とは別に単独でタップ加工をすることは、きわめて少なくなっている。従って、我々がドライ加工を進める上で、自動トランスファーラインプレス加工の工程中に、ドライタップ加工を行う必要が生じてきた。現在のタップ工具の寿命はメーカーからはおおよそ1万回と言われており、この研究においては、最低その水準を確保して、更に10万回まで工具寿命を延ばすことを計画した。

このタップ形状は写真2.1.4で見ると、傘状で山谷があり、複雑形状の被膜形成と言える。タップ工具では塑性加工としての働きをする部位がかなり特定され、働く部位を狙っての高耐久被膜形成が求められる。今回使用する試験用タップ工具は、ヤマワ製 M3X0.5 HSS(高速度鋼)の転造タップで、未成膜のものを、タップ加工の基材は純アルミ A1100 を使用した。

1. 前処理

1. 1 湿式前処理

[1-1]コーティング前処理の最適化で前述したように、湿式の前処理を行う。基材である試験用タップ工具は、製造メーカーで製造後、後処理が全くなされておらず、工具製造時に付着するバリ、加工油及びその他の酸化・硫化被膜が付着していることが想定された。

従って、電解脱脂により油分の除去を行い、湿式表面活性処理で微細なバリや酸化皮膜・硫化皮膜の除去を行う。更に、化学研磨で、タップ工具の傘の先端部周辺に付着する異物の除去と少しでも凹凸を少なくし、最後に酸洗で、前工程で付着した液材の残渣などを取り除くように工程をデザインした。当然、各工程においては、純水による浸漬水洗やシャワーによる物理的水洗工程を入れ、極力その工程で使用する液材を次工程に持ち込まない努力をした。

1. 2 乾式前処理—プラズマ清浄化処理

1. 1 湿式前処理の後に、プラズマ清浄化装置において、更に活性化処理を行う。アルゴンガスを70Paにし、プラズマ化させ、1200秒処理したものの。この前処理条件の最適化の検証方法として、基材は異なるが超硬材(TH10)を使用し、成膜後、BOD(摩擦摩耗試験)おこない、実証した。表2.1.1では、10N 負荷・150mm-sec・3600sec. 走行の条件で測定試験を行い、摩擦係数が0.15を多少上回る程度であり、振幅幅にばらつきもなく、3600秒安定していることから、前処理方法として妥当であると判断した。更に、成膜レシピについても、同様に妥当なものと言え、今後、このレシピを基準として研究を行う。

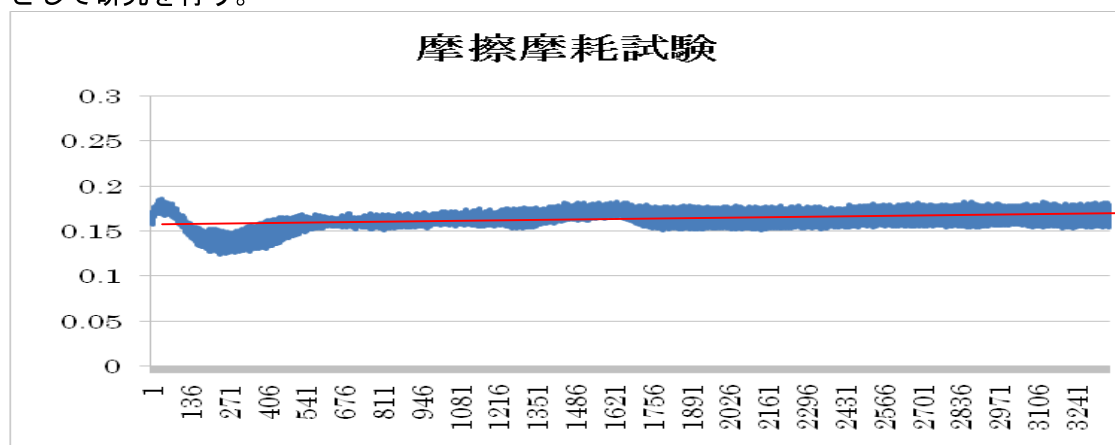


表 2.1.1 前処理条件検証のための摩擦摩耗試験

2. 成膜方法

タップ基材の成膜に於いて、エッジ部及び、山と谷へ均一な被膜形成をする必要がある。

写真 2.1.1 のような従来の成膜方法では上手く被膜が付かず、なぜ、タップ基材に被膜が形成されないかの原因を考えた。1. 先端部やエッジ部への電場による影響 2. 複雑形状のため、単純に被膜が均一に付きにくい 3. レシピが適正でない ということに課題を絞る。



写真 2.1.1 色が薄い

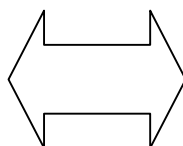


写真 2.1.2 被膜が形成されているもの
色が黒い

特に、先端部やエッジ部への電場による影響に注目し、対応を考える。タップ工具のような柱状形基材の成膜では、ナノ積層被膜を形成する時に必要なバイアス印加時に、エッジまたは先端部等に電場の密度が集中し被膜が形成されにくいものと想定する。

そこで、基材にバイアスが掛からないように、タップ基材を取り付けるアタッチメントを、写真 2.1.4 のように絶縁体である耐熱性樹脂 PEEK 材アタッチメントを使用することで、タップ基材とタップ治具の導通を遮断し、タップ基材の先端部及びエッジ部に電場が集中することを防ぎ成膜を実施した。



写真 2.1.3 導通アタッチメント



写真 2.1.4 耐熱・絶縁アタッチメント

結果は写真 2.1.5 のように被膜の付き回りは良好で、タップ基材の先端部から全ての刃先(エッジ部)及び傘の裏まで均一に成膜されている。しかし、被膜耐久性を確認するために、被加工材料(A1100)でタップ加工テストをしたところ、写真 2.1.6 のように DLC 被膜の剥離見られた



写真 2.1.5 実験 3 の成膜後の状態



写真 2.1.6 タップ加工テスト後

この結果から考えられることは、基材を絶縁することで、先端部やエッチ部への電場による影響が少なくなり、タップ工具のような複雑形状であっても、傘の表と裏を同時に成膜されることが分かった。ただし、被膜の密着性が充分でないことも判明した。しかし、被膜の耐久性を上げるには、基材にバイアスをかけざるを得ないので、電場の影響を考慮し、バイアスを下げることを含め被膜形成をするレシピを検討する。次に、各工程におけるバイアスのかけ方を制御した場合の被膜への影響を検証する。

結果

写真 2.1.7 のように基材 T1、T2、T3 と被膜の色が濃くなり付き回りが向上している。しかし T4 になると逆に被膜の色が薄れる現象がある。これは、主層バイアスを T1 から T4 まで -10V、-20V、-50V、-100V と変化させ、T5 では T1 から T4 と同様に、導通性アタッチメントを使い、バイアス-50V でタップを磁化させた。T6 ではバイアス-200V で絶縁性アタッチメントを付け、タップのみを磁化させた。

①目視による被膜の付き回り

目視による付きまわりの評価基準を次のように決め、観察を行なう。

目視による被膜の付き回り判断基準				
タップ基材の色	濃い 黒色また茶色	薄い 黒色また茶色	青色または紫	銀色
被膜の付き回り				悪い

表 2.1.2 付きまわり評価基準

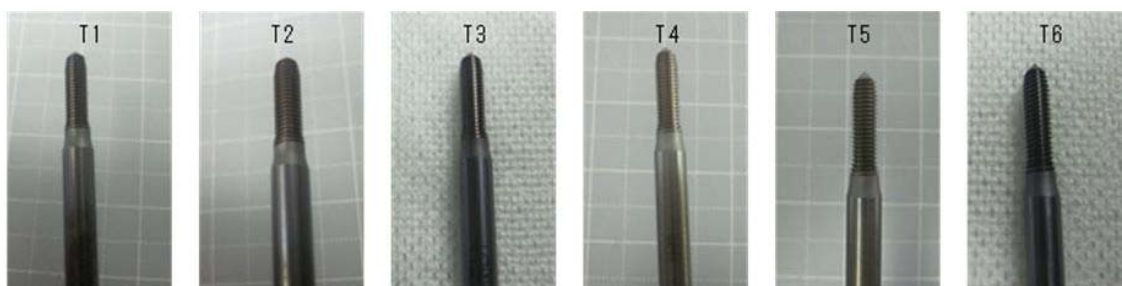


写真 2.1.7 バイアス試験

目視観察により被膜の付き回りを確認したが、写真 2.1.7 のように磁化しない試料群 T1～T4 では T3 が良好な結果を得た。T6 も治具に基準値の基板電圧(バイアス)が掛かっているが、タップ基材は導通を取らず、基材を磁化したところ、T3 と同じように良好な結果が得られた。

②アルミ材料 A1100 でのタップ加工テスト

被加工材は A1100 板厚 1.0mm 下穴 2.73mm を使用し、ドライタップ加工 1000 回 後、タップ基材の被膜の剥離状態を確認する。

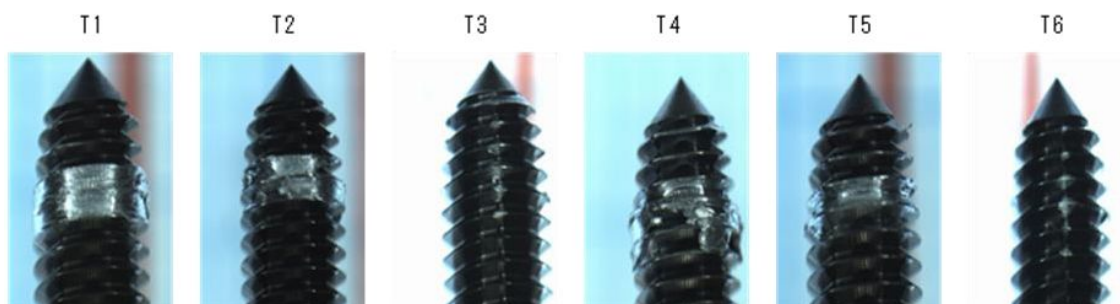


写真 2.1.8 タップ加工後

写真 2.1.12 はタップ加工テスト後、光学顕微鏡を使い 20 倍で表面を観察した。

結果

T1 で被加工材の凝着が多く見られるが、T2 では凝着が減り、T3 では凝着が全く見られない。T4 では、再び凝着している。T5 では、T1、T2、T3 程ではないが被膜の剥離と凝着が見られる。T6 については、凝着が全く見られず、被膜耐久性が T3 と同等と判断でき、基材への磁化の付与が被膜耐久性向上の要因として基板電圧(バイアス)と同様の働きがあることが証明された。

以上のことから、安定した被膜形成を得るためには、成膜する基材の形状により基板電圧(バイアス)の適正值を知る必要がある。それによりタップ等の複雑形状の成膜も可能である。また磁化による被膜形成への付与も確認できた。

今回は 1000 回のドライタップ加工しかできなかったが、T3 と T6 の優位性の比較を検証するために、引き続きドライタップ加工実験を行う。

[2 - 2] 多段深絞り工程のドライ化

計画：ドライ連続加工 5 ～ 10 万回

実験場所: パワー精密株式会社 東京工場

写真 2.2.1 のように、トランスファーラインプレス加工による自動連続工程を 90spm の速度でセミドライの状態で作業する。本来なら、ドライ加工をめざすものだが、顧客との品質保証協定において、油種の変更を含む工程の変更は顧客承認の必要があるので、セミドライ加工とした。加工部品は写真 2.2.3、2.2.4 のように黄銅材料を使用した円筒形状の絞り加工品。加工部品形状は外径φ 6.9mm 製品高さ 8.5mm 板厚 0.4t のアスペクト比 1 : 1.23。

実施：現状使用の高粘度潤滑油の使用量を暫定的に従来の 1 / 3 以下として加工する。

使用油量 0.1 cc / 30 ショット (従来は 0.1cc/10 ショットであり、90spm の加工速度であることから、潤滑油は垂れ流し状態に見える)

プレス加工工程全 6 工程中、第 3 絞りダイ が絞り工程の中で絞り比が高く、また材料の加工硬化が一番進んだ箇所なので、この絞り工程での被膜耐久性があれば、ほかの絞り工程をクリアすることが可能である。またトリミングダイは最終製品を切り落とす箇所、通常の打ち抜きと違い、製品フランジ部を斜めからカットする為、剪断長さが長いのが特徴。これもまたクリア出来れば第 1 工程のブランクダイもクリア出来る。

加工速度 90spm

周辺環境 潤滑油そのものは垂れ流しであり、最終的には洗浄作業を行っている。少しでも使用量を削減し、洗浄工程の短縮化とダイの長寿命化を図る。

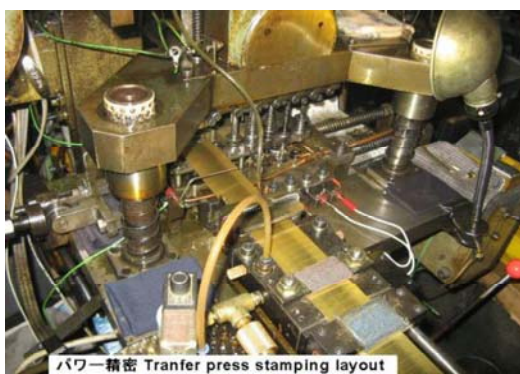


写真 2.2.1: トランスファー加工工程。



写真 2.2.2: 製品 トリミング後



写真 2.2.3: 第3絞りダイ 5,000 ショット目。
滑り込みエッジ部全周に剥離が始まる。

この加工テスト結果から、内径成膜アスペクト比 1:1 を確実に成膜できたものの、計画したドライ加工回数には膜耐久性が充分ではないことが判明した。試料による前処理方法や被膜形成による耐摩耗試験等の手法により、成果を積み重ねてきたが、最終的には、実機試験による検証が必要である。今回、被膜耐久性の検証を工場の現場で行ったが、改善すべき内容が確認できた。この改善の為にインターレイヤーを更に改善し、成膜時の傾斜ステップの見直しを図り、より硬い膜質を作り上げることが必要であると評価し、改良した工程による大口径ダイ2個の成膜を行なった。その結果、ピンセットでのこすりで被膜に傷が付かず良好な成果を得ることができ、前処理、インターレイヤー、主層傾斜膜の各工程の最適化に目途がついたと言える。現在、工場で実機による自動トランスファー加工を行うために調整中である。

この成果報告書は2011年8月31日現在での成果ではあるが、成膜に対するレシピは概ね準備できた。今後も継続して、実機検証をしながら、発生する課題に対応し、計画目標を達成する。具体的には、当認定研究が終了する2012年3月末までに、計画した耐久性を持つDLC被膜ドライ金型によるプレス加工実績を積み重ね、金属プレス工業会会員企業に対し、ドライ加工の実用性と経済性を実績を基盤に啓蒙していくことを行う。

[2 - 3] : 微細部品のドライプレス化

計画：ドライ連続加工 10万～100万回

試験場所: 嶋村金属工業株式会社

加工部品 は写真 2.3.4, のように黄銅材料を使用した円筒形状の絞り加工品。

実施：現状使用の水溶性潤滑油（非塩素系エマルジョンタイプ）を使用せず、全て速乾性潤滑油に切り換える。あくまでも、目標はドライ加工であるが、まずは大幅な潤滑油の削減を行ない、工場内の作業現場での潤滑油によるミストの飛散を無くすことで、現場環境をよくし、さらにバレル洗浄の削減で経済的メリットを実現するため、「ドライ加工」の実機検証を行う。

使用油量 0.1cc / 30 ショット（従来は掛け流し方式）

プレス加工工程の中の第1絞り～第4絞りダイに成膜を行う。最初の重要な絞り工程で被膜耐久力が高まれば、他の工程はダイに受ける加工負荷は絞り工程より比較的少なく済むので、絞り工程での被膜耐久性を本研究の指標とした。嶋村金属工業株式会社は高品質・大量生産製品が特徴であり、その実現のため金型設計方針として、高速トランスファープレス加工において、特定の工程に負荷が偏らないように多ステージ化をして課題を解決している。それでも絞り加工では最終的に板厚の70%近くまで板厚を減少させる絞り工程もあり、金型への負荷は小さくないのが現状である。

加工速度 90spm 以上

周辺環境 水溶性潤滑油をギヤーポンプで全てのステージに掛け流し方式で加工している。その為、写真 2.3.1 のとおり、加工中は油が周囲に飛散するので床面を汚さないためにビニール等で覆う対応をしているが、実際にはプレス機械周囲には飛散した油で床まで汚している。写真 2.3.2 では、速乾性潤滑油を使用することによりオイル飛散防止カバーをする必要がなくなり、プレス加工の状況を直接目視観察ができるようになった。また当然、床が汚れなくなり、現場環境が好転した。



写真 2.3.1:
従来の加工油掛け流し方式トランスファー加工。

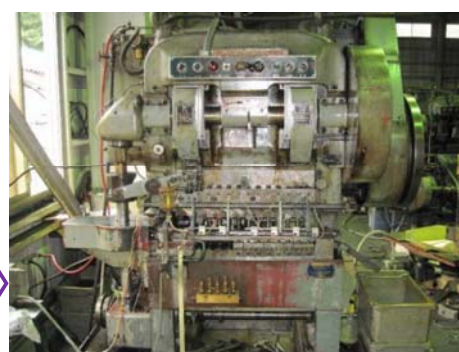


写真 2.3.2:
乾燥油滴下方式によるトランスファー加工。



写真 2.3.3: 第4絞りダイ 10,000 ショット目。
R部奥とストレート部全深さにかけて剥離。



写真 2.3.4: 第4絞り製品

実機検証の結果、更に被膜耐久性を上げるために改良成膜レシピを変更し、インターレイヤーの膜厚の増加を行った。金型に被膜を付け、プレス加工実験を8月25日頃に計画し、準備していたが、急激な受注増のため生産能力の余裕がなくなり、実機検証を8月中に実施することができなくなってしまった。その為生産日程を妨げない状況まで、延期する。

これまでのプレス加工実験の効果として、速乾性潤滑油を滴下装置のもつ機能の最少量に絞って使用（30ショットで0.1ccを材料に滴下）したことにより、従来の循環掛け流し式潤滑油で油飛散や周囲環境の汚れをなくすことが出来き、更に廃油処理が不要になった。さらに、従来のバレル洗浄工程を省くことが出来た。

通常の絞り加工では極圧添加剤を入れ、高い荷重や高い温度で使用される等の潤滑油にとって厳しい摩擦条件により油膜が切れない潤滑油が使われてきた。しかし高速加工速度で塑性変形率が高い高速トランスファープレス加工において、経済性を考慮し、水溶性潤滑油を掛け流し方式で使用する事が多い。しかし、循環式とはいえ、潤滑油も劣化するので、潤滑油としての性能が落ちた場合は、新しいものに交換しなければならない。また必然的に加工中の油飛散や、製品に付着する油も多く、消費量は多くなる。鳴村金属工業株式会社では月間最低180Lの新油量が必要で、その80%前後の廃油処理をしているので、20%前後は製品に付着したまま洗浄工程へ廻されたか、加工中に飛散したことになる。

これが全てドライ加工に切り替われば大幅な環境負荷改善になり、現在、水溶性潤滑油の使用量と部品生産量、DLC被膜付き金型による速乾性潤滑油の使用量と部品生産量のデータ取りを行っており、2011年度中にコスト低減の分析と環境負荷低減分析を進めている。

本研究以前の成膜ではダイ内径成膜が出来ていない為にしごき加工ステージでの発熱（製品温度で測定）が60℃を超えていたが、加工中の熱発生もDLC積層膜と速乾性潤滑油の相乗効果で、製品精度出しの為にパンチ形状を微修正し、しごき度合いを高めても加工中の製品を手で触れる温度

(50°C以内)で収まっており、同時に、製品精度も維持している。DLC積層膜なしのダイ及び速乾性潤滑油のみで加工した場合、10ショット毎に0.1~0.2cc以上滴下しないと材料がダイからノックアウトされても上がらず、送りフィンガーから外れてしまう現象(熱による製品が大きくなり、焼き付き現象の一手手前と推測。)が頻発したことを考えると、大きな成果があったと言える。

以上の実験から、まだ膜の耐久性は改良の余地を残したが、環境負荷の高い潤滑油を廃止することが出来る方向性を見出すことが出来た。速乾性潤滑油は水溶性と比較し高価であるが、これを極力絞って加工できる事も判明した。

現在、最終レシピにより成膜されるダイの加工実験が延期されているが、生産調整が付き次第、膜耐久性向上の検証を行う。

[3] CVD装置の導入

1. 装置の特徴と狙い

周知のごとく、コーティング手法は大別すると、物理的蒸着法（PVD：Physical Vapor Deposition）と化学的蒸着法（CVD：Chemical Vapor Deposition）の2手法がある。前者は、イオン源としてのターゲットをもち、高周波あるいはレーザーなどの高エネルギー印加によりプラズマブルームを発生させ、それをサンプル表面に蒸着させることを主原理としている。後者は、イオン源はすべてガス系であり、駆動プラズマの中で反応させ、その反応種をサンプル表面に蒸着させることを主原理としている。したがって、前者では温度による加熱は基本的に不要であるが、ターゲットからのプラズマブルームをサンプルに蒸着させるため、コーティング面が制約される。一方、後者では、蒸着させるために温度勾配が不可避であるが、サンプル全表面への蒸着が可能となる。

ここでは、金型の内径を含めたすべての表面へのDLCコーティングを可能とするとともに、前処理であるアルゴンスパッターとリサイクルのための酸素アッシングプロセスを兼ねたコーティング装置を設計、開発した。



写真 3.1.1 装置外観写真



写真 3.1.2 CVD装置の制御系の外観。

本装置では、上記の真空チャンバーにガス供給系と排気系を装備している。ガス供給系では、設定プラズマ圧力を一定に保持する機能を担保するため、ガスラインの自動供給制御系を搭載している。またガス種も、主として前処理用のアルゴンガス、インターレイヤーコーティング用の窒素・アルゴンガス、コーティング用にメタンガス・反応ガス（現時点では予備ガス系）・アルゴンガス、後処理用の酸素ガスおよび置換排気用に窒素ガスが利用できる。排気系は、2段階で最高到達圧力 10^{-4} Pa を実現する。この値は、PVD系装置のベース圧力の標準値である。なお、真空チャンバー容量は、比較的大型の金型への処理も可能なように設計し、その排気時間も10分程度を目安に排気容量を算出しており、後述するレシピの検討でも、その排気速度を前提に検討している。

2. 装置の要求特性と初期稼動による実績

本装置は前述のように、チャンバー本体・制御装置・ガス供給制御系統・排気系統・チラーからなり、前処理ーコーティングーアッシングの3プロセスをカバーする仕様を満たしている。

この仕様の中で特徴的な特性は、1) 数Paから1kPaまでのきわめて広い圧力範囲でコーティングなどを実施できる、2) プラズマと独立にサンプルを加熱できる、3) 周波数制御により高速にプラズマを制御できる、4) 金属インターレイヤー・反応スパッター用の金属ソースを利用できる、5) 低出力から高出力のコーティング、プラズマ処理を実施できる点にある。特に、1) および3~5) は、これまでの装置では実現できない機能であり、ドライプレス加工用金型及び工具へのコーティングでは、キー技術となると考えている。

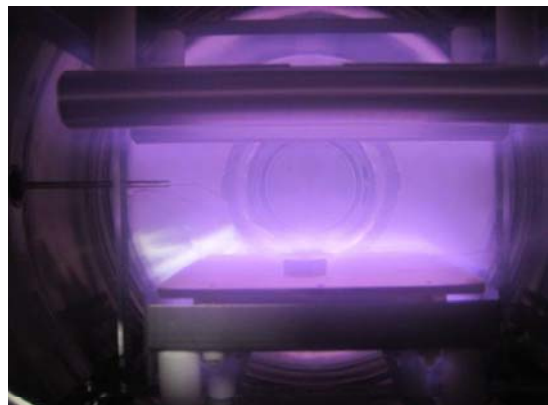


写真 3.1.3 プラズマ点火状態
のチャンバー内部

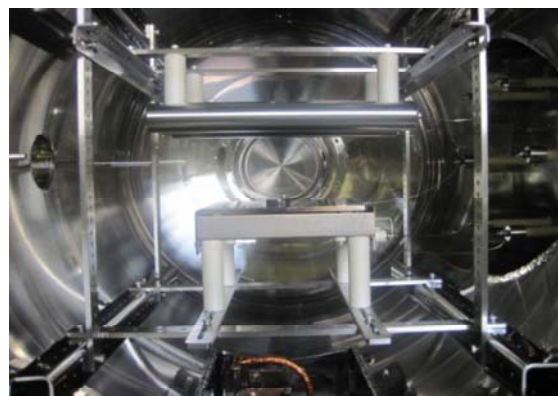


写真 3.1.4 チャンバー内部

最終章 全体総括

I 研究開発成果

1-1 コーティング前処理の最適化

湿式の前処理を中心に、今回の研究開発を行った。今後、ドライ金型の量産化に際し、DLC 被膜を金型に成膜することになるが、その金型の製造履歴や使用履歴により、金型の表面は多様な状態であると推測される。具体的には、使用する潤滑油の種類や量、金型表面の酸化膜や硫化膜の有無と被膜厚さ、金属内部への油分の浸透など、ありとあらゆる状況があることを想定し、それぞれの可能性に対応するための手法の開発を行った。そのために、脱脂剤の選択と超音波振動援用及び電解脱脂による基材に付着する油分の除去、電解研磨・化学研磨・湿式活性化処理は金型表面の酸化膜や硫化膜の除去及び基材表面の凹凸形状の平坦化に貢献することが検証でき、その手法を確立できた。特に、電解脱脂は従来の超音波振動援用の脱脂方法に比較し、脱脂時間が大幅に短縮でき、基材が脱脂剤に浸漬する時間が少なくなったと言える。特に、超硬合金には効果があったと言える。また、純水による超音波援用の水洗及びシャワーによる物理的水洗方式と IPA(イソピルアルコール)への浸漬による乾燥方法で、乾燥時間が極端に短縮され、さらに基材面の汚れが見られなくなった。これらのことで、成膜の前処理の手法はほぼ確立できたと思われる。しかしながら、脱脂剤は絶えず新たな顧客要求に対応し開発され、添加材等も多様化する中で、今後も研究を継続する必要がある。

乾式のプラズマ活性化処理については、前回の研究で、基準となる条件は確立しているが、今回超硬合金へのプラズマ活性化処理にはこずった。結論としては、プラズマ清浄化処理により、成膜前の活性化する工程をとっているつもりであったが、逆に、超硬合金に使用されるバインダー成分である Co(コバルト)が、プラズマの物理的衝撃により飛散し、被膜密着性に悪い影響を与えてしまった。超硬合金は代表的なサーメットであり、鏡面仕上げの材料においては、その外見から固体(バルク)と思われがちだが、ミクロで観察すると空孔が多数あることが分かった。更に表層にあるバインダー部がプラズマ清浄化処理により、飛散することで、空孔がより多くなり、脱脂剤などの液中に浸漬すると浸透作用で液が奥深くまで入り込んだことが想定できる。その結果、成膜時の真空環境により、水分が基材表面にでることで、被膜層と基材層の間に水分で断層を作り、被膜剥離の原因となったものと思われる。結果的に、その工程を除くことで、被膜密着性が大きく改善したことで、真空乾燥の処置により更に密着性が良好な状況になったことで、判断ができる。

説明

サーメット (cermet)

金属の炭化物や窒化物など硬質化合物の粉末を金属の結合材と混合して焼結した複合材料で、定義上は超硬合金と呼ばれる炭化タングステン(WC)を主成分としたものも含まれるが、これを別のものとして扱うことが多い。名称はceramics(セラミックス)とmetal(金属)からの造語である。Wikipediaより

1-2 コーティングレシピの選択

今回の研究の課題は、複雑形状への成膜である。試験用試料のような平板への成膜は非常に良い条件であり、従ってよい密着性を得ることが容易である。しかしながら、現実の金型は、加工する部品形状に従い、複雑多様な形状にならざるを得ない。従って、ドライ加工を行うには、どのような金型形状でも、健全な被膜形成を作らなければ、実際には使えないものになってしまう。特に、PVDの宿命である、円筒形内部への被膜形成は従来から、一般的には「不適」と言われていた。しかし、我々の推進するナノ積層 DLC 被膜の高耐久性を利用するには、この課題を必ず克服する必要があった。今回の研究で、前処理の最適化と共に、中間層の膜厚や成膜方法の改善及び主層の成膜レシピの改良で、硬質膜の形成手法は道筋をつけたと思う。更に、複雑形状への成膜手法として、磁界付与による方案を検証した。従来、治具形状による成膜方法では、円筒形内部には成膜ができなかったが、今回磁界を付与することで、アスペクト比 1.0 (金型内径と被膜深さの比率)成膜は確保できた。被膜耐久性にはまだ改良の余地があるが、磁界の付与方法と成膜レシピの改良で、成果が得られるものと確信している。

1-3 再生コーティング手法の開発

成膜後の脱膜技術は前回の研究で基準手法を開発している。この手法は実験を多数繰り返すことで最適値を求めたものである。しかしながら、今回、プラズマの発光状態から脱膜条件を診断する技法を加え、理論的背景の従ったプラズマ診断の技術形成を行うことができた。今後は被膜の種類・膜厚等の変化に対応脱膜条件を設定することをめざすことができる。

2-1 ドライ工具-転造タップの加工

タップ工具は柱状で傘のように凹凸がある複雑形状の一つと言える。ドライプレス加工と合わせて同じ工程で作業する可能性が高いところから、転造タップのドライ加工を研究した。課題は、複雑形状への被膜付きまわりと被膜の耐久性であるが、現行のタップ工具では大よそ 1 万回程度の寿命とされているので、それを上回るものでなければならない。1-1 コーティング前処理の最適化、1-2 コーティングレシピの選択の成果である基礎研究を踏まえ、期待特性を満足するレシピ開発を行った。特に、成膜時のバイアス制御に注力し、磁力の付加も併せ、レシピの最適化を行い、アルミ基材 A1100 でのドライタップ加工試験で検証した。結果として、2 種類の成膜条件がドライタップ加工試験で 1000 回行い、よい結果を得た。今後、継続してドライタップ加工試験を行う。

2-2 多段深絞り工程のドライ化

黄銅材料による外径 6.9mm 製品高さ 8.5mm 板厚 0.4mm のアスペクト比 1:1.23 のものを自動トランスファーラインで 90spm の速度で、0.1cc/30 ショットの加工を行った。第二回目プレス加工実験では被膜が 5000 ショットで被膜剥離が起こったので実験を中止した。その後、第三回目プレス加工用にレシピ改良を行ない、金型に成膜したが、8月31日までは、生産現場の量産計画を優先しなくてはならず、実機検証による成果を数値で表現できないのが残念である。早急に対応したい。

2-3 微細部品のドライプレス化

黄銅材料による円筒形状の絞り加工。服飾用ホック部品であるが寸法で形状を単純に表現することができない。この部品の最大の機能は、大量の異なる部品のオスとメスとの間において、どの部品を使っても勤合力(締結力)を保証することで、部品寸法だけで製品機能を保証することよりも難しい。今回の実機検証により、そのような機能保証を維持し、水溶性潤滑油から速乾性潤滑油に変更し、滴下量もかけ流し状態から 0.1cc/30 ショットにまで大幅に減少させた。これも 2-2 と同様に第二回目プレス加工実験を行ったもので、10000 ショットで被膜剥離が起こり中止をしている。更に第三回目プレス加工用にレシピ改良を行ない、金型に成膜したが、8月31日までには量産を優先することから実機検証ができなかった。早急に実機検証を行う。 嶋村金属株式会社の場合は、被加工部品が自社製品であるので、自らの判断で工程変更をすることが可能だが、従来安定していた工程を変更するには、大きな経営判断が必要である。今回は実験としてドライ加工を行い、現時点では 10000 ショットではあるが、部品としては合格基準のものが製造できており、今後の成果に期待する。更に、潤滑油の使用量と廃油の削減及び工場内でのミストや油の飛散を大幅に減少させることができ、経済的利益及び労働環境の改善、更に環境負荷への対応を同時に行うことができ、今後の大きな成果が期待できる。

3. CVD 装置の導入

PVD 成膜装置は自前ではなく、他社の装置を自由に使用させていただけたとはいえ、その利用にはおのずと限界が生じる。今後とも、ナノ積層被膜形成においては、従来通り、PVD 成膜装置をお借りすることになるが、今回自前の装置を持つことができたことは、一層の研究に邁進する体制が整備できたと言える。この装置では、PVD で培った成膜技術を背景に、従来 CVD ではできないと言われている積層膜の形成も視野に入れたい。一般的に、CVD は成膜速度が速く、カーボン源がガス及びガス化したものであることから、複雑形状への成膜が可能で量産化対応が容易であると言われている。この点においても、より工業化への段階に向け、期待できる装置である。今回は7月下旬に装置の搬入があり、その後、電気配線・ガス配管等を行い、8月から性能確認試験を重ねている。この装置の独自性の一つは、オールインワン装置で、プラズマ活性化処理、CVD 成膜、脱膜まで全て行うことができる。特に、従来、PVD プラズマ成膜の場合、活性化処理後成膜までには、必ず大気中に基材を暴露することになり、成膜前にボンバリングによる酸化膜剥離を行う必要があった。今回は湿式の前処理後は、被膜形成まで全て真空環境の中で連続して行うことが可能で、工程間での大気暴露の影響を受けずに済むことは被膜特性を向上させるうえで大きな利点となる。被膜原料も選択の余地が多く、耐摩耗特性を向上させるうえで、可能性が広がる。

II 研究開発後の課題

1. 成膜装置と量産化体制

他社で借りていた PVD 成膜装置は小型のもので、実験目的に使用されるものである。従って成膜範囲は狭く、大型部品には対応できないので、今回の実験で行ったような小型部品のみが対象となり、外部からの依頼による成膜事業を開始するには制限があった。それに引き換え、今度の CVD 成膜装

置は、チャンバー内部が多少広く、PVDのようにスパッタリング範囲に制約されないので、基材の形状と寸法の制限は緩和されることになる。従って、ある程度の大きさと数量までならこのCVD装置で対応することが期待でき、ドライ金型の量産化の足がかりとすることができると考えている。また、経済性においても原価計算ができるよう実験をしながら、データ収集をしていく。

2. 金属プレス加工業者に対するドライ加工技術の周知

本研究及びその後の研究成果を元に、地元である東京都金属プレス工業会の会員に向け、DLCドライ加工の特性、被膜耐久性、実機による成果実績及び直接と間接の経済効果を東京都金属プレス工業会主催の「ドライ加工振興会」で、成果の発表をする計画をしている。また、日本金属プレス工業協会でも、全国の金属プレス加工事業者(中小企業のみならず、大手自動車製造会社も所属)、に対し同様の技術説明会を開催することで、事務局側と了解を得ている。このように多くの金属プレス加工事業者への実績の成果報告により、先行技術採用希望者に対しては、実費で希望する金型への被膜形成を行い、自ら評価してもらうように心がけたい。

3. ドライ加工の経済性と利便性

新技術を採用する場合、そこには必ず、技術採用者(顧客)の経済的利益を伴った利便性があることが求められる。ドライ加工においては、①潤滑油コスト、潤滑油廃油処理コスト、脱脂コストを合算する経費削減コストと②DLC被膜形成にかかるコスト(場合によれば、被膜除去コストも含む)との比較バランスによって新技術採用の可否に対する意思決定がなされる。その他に、メンテナンスや金型修理及び量産時の金型交換等の間接時間やDLC被膜形成にかかる時間も間接時間も量産可能性阻害要因として、考える場合も想定出来る。従って、経済的利益を最大化するために①を大きく、②を小さくする努力が必要で、高い被膜耐久性が求められる背景がここにある。

又、環境負荷の低減をめざす会社方針又は顧客方針がある場合は、直接の経済的利益だけでなく、ISO14001の活動に見るように、大気汚染防止に対する活動を推進することで、社会貢献に努力する企業と評価され、ブランドイメージを高めることも可能であり、内部的には、作業現場での油のミストが飛ばなくなることで、従業員の健康安全対策を施している安心安全職場とも言える。このように多くの企業が新技術を採用することで、直接・間接のメリットを最大化できるように技術の成熟化に邁進し、貢献したい。

4. 最終顧客でのドライ加工技術の承認

上記3での阻害要因として、最終顧客の工程変更に係る(ドライ加工技術)承認行為がある。これは、需要者と製造者との間で、製品・部品の高い品質レベルを維持するために、製造プロセスと管理基準を見える化し、管理基準内であることを保証することで、最終製品の品質レベルの安定化を図ろうとするもので、過去に安定していた工程を変えることは需要者の品質管理者からは大きな抵抗があることが予想される。その壁を超えるためには、最終顧客にも経済的利益があること、一定数の作業実績により、品質が安定していることの成果が具体的に あることが工程変更をする承認の基準となる。ついては、最終顧客を意識した準備と、新技術採用の経済的利益の一部を最終顧客に還元することも必要となる。

5. 知的財産権の確保

新技術開発には、ノウハウや特許などの知的財産権で技術の新規性を保護する必要がある。既に当研究に関連する特許対象として、「ナノ積層被膜の形成方法」(相澤)及び「DLC被膜除去方法と金型リサイクルの方法」(相澤)を申請しており、今回「PVD法による磁界付与における複雑形状への被膜形成方法」(表面機能デザイン研究所・相澤)を申請する予定である。それ以外においても、製造ノウハウを蓄積しており、表面機能デザイン研究所内での量産成膜及び外部成膜事業者への技術供与も併せ、準備をしている。当該技術は狭い範囲での流通をめざすものではないので、前処理技術があるめっき事業者や金属プレス加工事業者との共同プロジェクトを設け、詳細な技術供与契約を締結したうえで幅広い技術の流通に対応する。

Ⅲ事業化展開

1. 量産用成膜装置の確保

Ⅱ-1で前述したように、表面機能デザイン研究所内にCVD成膜装置が設置された。これで、一定の大きさまでの基材に成膜できるが、今までお借りしていた他社のPVD成膜装置も併せて使用していく。

2. 新技術先行採用企業の育成

今後、啓蒙活動を進める中で、本研究の成果に興味を持ち、自社内で試してみたいという企業には極力、金型成膜による支援を行い、その会社での課題を解決できることを実感してもらいたいと考えている。会社により期待する特性や経済的評価手法も異なると思われるが、個別に対応していく。

3. 日本企業の海外工場への技術移転

当面は国内事業者に対するドライ金型やドライ工具の供給を行い、マーケットの独自性や対象顧客の反応を集めるが、すでに多くの日本の事業者が海外で生産活動をしていることを考慮すると、将来海外でのドライ金型サイクルができる事業者の育成も検討すべきと考えている。歴史的に見ても、国内からのドライ金型供給を初期の段階では可能であるが、早晩、生産国と日本との間の流通期間の時間的不利益と流通コストの負担が意識され、現地での成膜の要望が高まることは明らかである。従って、この技術の伝搬のためにも、日本人以外の技術者の育成と事業投資家の開発が課題となり、その具体的対応を進める必要があるが、まずは技術教育の体制を確立する。