

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2016年10月27日(27.10.2016)



(10) 国際公開番号
WO 2016/171273 A1

- (51) 国際特許分類:
C23C 14/06 (2006.01) B21J 13/02 (2006.01)
B21D 37/01 (2006.01) C23C 14/02 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2016/062828
- (22) 国際出願日: 2016年4月22日(22.04.2016)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2015-088365 2015年4月23日(23.04.2015) JP
- (71) 出願人: 日立金属株式会社(HITACHI METALS, LTD.) [JP/JP]; 〒1088224 東京都港区港南一丁目2番70号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 本多 史明(HONDA, Fumiaki); 〒6928601 島根県安来市安来町2107番地2 日立金属株式会社 安来工場内 Shimane (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN,

CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

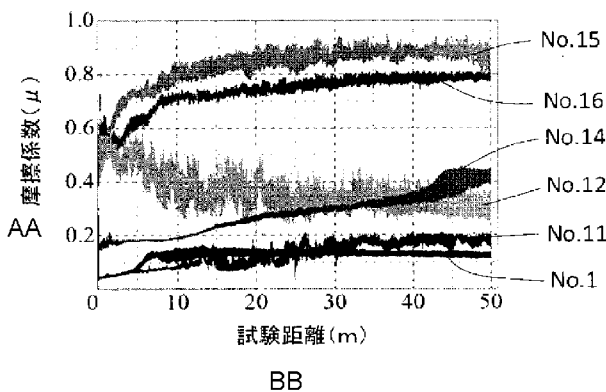
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーロピア (AM, AZ, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

- 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: COATED METAL MOLD AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME

(54) 発明の名称: 被覆金型およびその製造方法

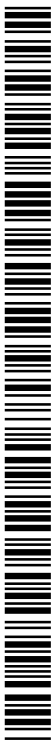


AA Friction coefficient
BB Test distance

(57) Abstract: The purpose of the present invention is to provide: a coated metal mold having superior durability and adhesion resistance over a usage range from cold to warm/hot; and a method for manufacturing the coated metal mold. The coated metal mold is characterized by having a hard coating on the surface, wherein the hard coating includes an A layer formed of a nitride and having a thickness not smaller than 5 μm, and a B layer formed of a diamond-like carbon coating, the B layer is disposed closer to the outer surface side than the A layer, the surface of the B layer has an arithmetic mean roughness Ra ≤ 0.2 μm, a maximum height Rz ≤ 2.0 μm, and a skewness Rsk < 0.

(57) 要約: 本発明は、冷間から温熱間の使用領域に亘って、耐久性および耐凝着性に優れる被覆金型およびその製造方法を提供することを目的とする。表面に硬質皮膜を有する被覆金型であって、前記硬質皮膜は、膜厚が5 μm以上の窒化物からなるA層と、ダイヤモンドライクカーボン皮膜からなるB層とを含み、前記B層は前記A層よりも外表面側にあり、前記B層の表面が、算術平均粗さRa ≤ 0.2 μm、最大高さRz ≤ 2.0 μm、

スキューネスRsk < 0であることを特徴とする被覆金型。



WO 2016/171273 A1

明 細 書

発明の名称：被覆金型およびその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、例えばプレス加工用や鍛造用の金型等に適用される硬質皮膜が被覆された被覆金型およびその製造方法に関するものである。

背景技術

[0002] 従来、鍛造、プレス加工といった塑性加工には、冷間ダイス鋼、熱間ダイス鋼、高速度鋼といった工具鋼に代表される鋼や、超硬合金等を母材とする金型が用いられている。上記した塑性加工の方法は、室温付近で加工を行う冷間加工と、被加工材が400℃以上に加熱されて加工を行う温間加工や熱間加工がある。プレス加工用や鍛造用の金型を用いた塑性加工では、金型の作業面と被加工材とが摺動することによって、金型の作業面に摩耗やカジリが生じ、金型の作業面の損耗が生じ易く、金型寿命の向上が望まれている。

[0003] 近年、金型寿命の向上のため、金型の作業面に物理蒸着法（以下、PVD法という）により硬質皮膜が被覆された被覆金型が適用されている。物理蒸着法は、各種の被覆形成手段の中でも被覆温度が鋼の焼戻し温度より低温であるため、被覆による金型の軟化が少なく、金型の変形や変寸が生じ難い。

例えば、特許文献1には、耐熱性と耐摩耗性に優れる膜種であるAlCrSiの窒化物を適用することが示されている。また、特許文献2は、潤滑特性に優れるVの窒化物とAlCrSiの窒化物を交互に積層させた積層皮膜を設け、その表面粗さを一定範囲に制御した皮膜構造が示されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開2005-042146号公報

特許文献2：特開2011-183545号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] 近年、自動車車体に使用される鋼板として、高張力鋼板が増加しており、その成形には被加工材を加熱してプレス成形と同時に焼入れを行うホットスタンプ法が適用される場合がある。特に、アルミや亜鉛がメッキされたメッキ鋼板をホットスタンプ法で加工する場合、金型表面に凝着が発生して早期に金型寿命に至る場合がある。

本発明者の検討によると、負荷が大きい使用環境下や、ホットスタンプ法等でメッキ鋼板を加工する場合には、従来の被覆金型では金型寿命および耐凝着性に改善の余地があることを確認した。本発明は、耐摩耗性、耐熱性および耐凝着性に優れた被覆金型およびその製造方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明の一態様は、表面に硬質皮膜を有する被覆金型であって、前記硬質皮膜は、膜厚が $5\mu\text{m}$ 以上の窒化物からなるA層と、ダイヤモンドライクカーボン皮膜からなるB層とを含み、前記B層は前記A層よりも外表面側にあり、前記B層の表面が、算術平均粗さ $R_a \leq 0.2\mu\text{m}$ 、最大高さ $R_z \leq 2.0\mu\text{m}$ 、スキューネス $R_{sk} < 0$ である被覆金型である。前記A層はクロムを含有する窒化物とバナジウムを含有する窒化物とが交互に積層された積層皮膜であることが好ましく、前記A層の膜厚は、 $8\mu\text{m}$ 以上であることが好ましい。

[0007] 本発明の他の一態様は、表面に硬質皮膜が被覆された被覆金型の製造方法であって、膜厚が $5\mu\text{m}$ 以上の窒化物からなるA層を被覆する工程と、前記A層の表面を研磨し、前記A層の表面粗さを $R_a \leq 0.2\mu\text{m}$ 、 $R_z \leq 2.0\mu\text{m}$ 、 $R_{sk} < 0$ とする表面研磨工程と、前記A層の表面研磨工程の後、ダイヤモンドライクカーボン皮膜からなるB層を被覆する工程と、を含み、前記B層の表面が、算術平均面粗さ $R_a \leq 0.2\mu\text{m}$ 、最大高さ $R_z \leq 2.0\mu\text{m}$ 、スキューネス $R_{sk} < 0$ を満たす被覆金型の製造方法である。前記A層は、 $8\mu\text{m}$ 以上被覆することが好ましい。

発明の効果

[0008] 本発明によれば、冷間から温熱間の使用領域に亘って、耐久性に優れ、金型寿命を向上させることができる被覆金型を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0009] [図1]本発明例のスクラッチ試験結果である。

[図2]本発明例の被膜断面を示す拡大写真である。

[図3]比較例の被膜断面を示す拡大写真である。

[図4]相手材がZnのときの、本発明例と比較例とのボールオンディスク試験結果である。

[図5]相手材がAlのときの、本発明例と比較例とのボールオンディスク試験結果である。

[図6]本発明例と比較例とのボールオンディスク試験による皮膜の損傷形態を示す、皮膜表面の拡大写真である。

発明を実施するための形態

[0010] 鍛造、プレス加工といった塑性加工に用いる金型では、表面に硬質皮膜が形成された被覆金型が用いられる。これらの用途に用いられる被覆金型では、硬質皮膜の表面に加えられる力が大きいため、皮膜が薄いと皮膜強度が乏しくなり皮膜が損傷し易くなる。特に、高負荷環境下では、皮膜と金型の界面に大きな力が加わるため、皮膜と金型の弾性変形量の違いから、皮膜剥離や皮膜損傷が発生し易くなる。このため、金型寿命に及ぼす硬質皮膜の膜厚の影響が極めて大きくなる。また、硬質皮膜自体の摺動特性が乏しい場合には、カジリが発生して早期に金型寿命に到達する傾向にある。

本発明者は、高負荷の環境下において優れた耐久性を発揮するためには、硬質皮膜として、厚膜の窒化物からなる層（A層）の上層（上層とは硬質皮膜が形成された被覆金型の外表面側を上とし、被覆金型の内部側を下とした場合の上側の層という意味である）にダイヤモンドライクカーボン（以下、DLCとも記載する）皮膜からなる層（B層）を設けた皮膜構成が有効であり、更には、A層のB層に対向する面を研磨することが重要であることを知見した。以下、詳細について説明する。なお本明細書における耐久性とは、

耐摩耗性、耐熱性、耐凝着性の総称であり、優れた耐久性とは、上述した三種類の耐性において優れていることを意味する。

[0011] 窒化物からなる皮膜は、耐熱性と耐摩耗性に優れた膜種であり、金型である鋼等との密着性にも優れる傾向にある。そのため、窒化物の皮膜をより厚く形成することで被覆金型の耐久性をより高めることができる。本発明では、高負荷の使用環境下において優れた耐久性を発揮するために、 $5\mu\text{m}$ 以上の厚膜とした窒化物からなるA層を設ける。但し、窒化物からなるA層は摺動特性に乏しい傾向にあり、初期にカジリや凝着が発生する場合がある。そのため、被覆金型に優れた摺動特性を付与するために、A層の上層に摺動特性に優れた膜種であるダイヤモンドライクカーボン皮膜のB層を設ける。A層の上層に摺動特性に優れた膜種であるダイヤモンドライクカーボン皮膜を設けることで、初期のカジリや凝着が抑制される傾向にあり耐凝着性を高めることができる。

[0012] ここで、B層が十分に効果を奏するためにはA層のB層に対向する面を研磨して、その後、B層を設けることが重要である。本発明ではA層を厚膜に制御しているため、A層がドロップレットや皮膜欠陥を蓄積しやすく、皮膜を形成したままのA層の表面は粗い面となってしまう。そのため、粗い面となったA層の直上に非晶質を主体とするダイヤモンドライクカーボン皮膜であるB層をそのまま設けると、A層の粗面（凹凸）に倣うようにB層表面にも凹凸が生じ、B層の表面状態が悪化する。このB層の表面の凹凸はA層の表面粗さに起因しているため、B層のみを研磨してもB層の表面粗さ（特に後述するスキューネス $R_s k$ ）を改善することは困難である。さらにA層とB層との密着性が十分に確保され難く、剥離も起こりやすくなる傾向にある。そこで、A層の表面を研磨してドロップレット等の表面欠陥を除去した上でB層を設けることで、A層とB層の密着性が高まるとともに、B層の表面粗さを平滑な状態とすることができる。

上記したA層への研磨を施すことにより、本発明におけるB層の表面は、算術平均粗さ R_a （JIS-B-0601-2001に準拠）が $0.2\mu\text{m}$

以下、最大高さ R_z （JIS-B-0601-2001に準拠）が $2.0\mu\text{m}$ 以下、スキューネス R_{sk} （JIS-B-0601-2001に準拠）が0未満とすることができる。

硬質皮膜の表面に、ドロップレットや皮膜欠陥、不純物等が含まれると、金型として使用するのに適さない。そして、摺動環境下では、皮膜表面の凸部が起点となり、被加工材を攻撃し、摩耗粉を発生させることにより、皮膜剥離や摩耗が発生する。そのため、一般的な表面粗さである算術平均粗さ R_a 、最大高さ R_z に加えては、凸部の頻度を把握するためにスキューネス R_{sk} を制御することが重要である。

スキューネス R_{sk} は、振幅分布曲線の中心線に対する対象性を示すパラメータである。例えば、表面に凹部が多い皮膜表面の場合は、スキューネス R_{sk} が0未満を示し、凸部が多い場合にはスキューネス R_{sk} が0以上を示し、凸部と凹部の頻度を管理することが可能である。本発明では、凸部が少ないことが好ましく、スキューネス R_{sk} を0未満とすることがよい。

[0013] 研磨紙による磨きや、樹脂とダイヤモンド粒子からなるメディアを照射する磨きでは、算術平均粗さ R_a や最大高さ R_z の表面粗さは低減できるが、凸部を確実に低減させることは容易ではなく、皮膜のスキューネス R_{sk} を0未満とするのは困難である。一方、ダイヤモンドペーストを用いたバフ研磨を実施すれば平滑かつ凸部の減少した表面が得られ易く、皮膜のスキューネス R_{sk} を0未満とするのに好ましい。

[0014] A層は窒化物であり、総膜厚が $5\mu\text{m}$ 以上であれば、単層であっても多層であってもよい。また、組成が異なる窒化物が交互に積層した積層皮膜であってもよい。

A層は研磨後の膜厚が $8\mu\text{m}$ 以上であることが好ましい。更には、A層は $10\mu\text{m}$ 以上であることが好ましい。但し、膜厚が厚くなり過ぎると、加工条件によっては皮膜剥離が発生し易くなる場合がある。そのため、A層の膜厚は $70\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。更には、 $60\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。更には、 $50\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。更には、 40μ

m以下であることが好ましい。

[0015] A層は、周期律表の4a族、5a族、6a族の金属元素およびアルミニウム(AI)、ケイ素(Si)、ホウ素(B)から選択される1種または2種以上の元素からなる窒化物であることが好ましい。これらの元素からなる窒化物は、耐熱性と耐摩耗性が高いため、耐久性に優れる。また、A層の結晶構造は、耐久性がより優れる傾向にある面心立方格子(fcc)構造とすることが好ましい。

また過酷な使用環境においては、B層が磨滅する可能性も有り得る。よってA層が露出した状態でもある程度の耐久性を確保するために、A層はクロム(Cr)を含有する窒化物を含むことが好ましい。具体的には例えば、CrN、CrAlN、CrSiN、AlCrSiN等の硬質皮膜であることが好ましく、これらの硬質皮膜は耐摩耗性と耐熱性に優れる。また、硬質皮膜がクロムを含有することで加工中の金型表面に均一で緻密な酸化膜が形成され易くなり、損傷が抑制される傾向にある。そのため摺動中に摩擦熱が発生する高負荷環境で使用される金型においては、クロムを含有する窒化物を適用することで、被覆金型の寿命向上に有効であり好ましい。

また、A層はバナジウム(V)を含有する窒化物を含むことも好ましい。バナジウムを主体とする化合物は、25~200℃の使用温度域においてバナジウムが適度に酸化されるため、それが薄い酸化層として金型表面に形成され、相手材(被加工材)との親和性を低下させる。そのため、A層が摺動特性に優れるバナジウムの窒化物を含有することで、硬質皮膜の全体が優れた摺動特性を有するものとなり、金型の使用中における皮膜表面への被加工材の付着を低減できる。そして、被加工材が鉄系の場合には、バナジウムの酸化物が、被加工材の表面や摩耗粉である鉄酸化物と反応して、鉄酸化物を軟化させるので、皮膜に摩耗粉が食い込むことにより進行するアブレシブ摩耗を抑制することができる。また、バナジウムの酸化物が被加工材の鉄酸化物を軟化させる効果は、摺動中に摩耗粉の発生を抑制する傾向にあり、プレス成型中の作業面にて局所的なスクラッチやカジリを抑えることができる。

[0016] 本発明のA層は単層の場合、クロム窒化物またはバナジウム窒化物であることが好ましい。このクロム窒化物は、周期律表の4a族、5a族、6a族の金属元素およびアルミニウム（Al）、ケイ素（Si）、ホウ素（B）から選択される1種または2種以上の元素を添加しているものも含む。

[0017] 上記のクロムとバナジウムの添加効果を効果的に得るために、A層はクロムを含有する窒化物とバナジウムを含有する窒化物とが交互に積層された積層皮膜を含むことが好ましい。このような積層皮膜とすることで、硬質皮膜の主体である厚膜のA層に、優れた耐摩耗性と耐熱性が付与されると同時に優れた摺動特性も付与され、被覆金型の耐久性をより向上させることができる。

クロムを含有する窒化物は、金属部分の原子比率でクロムが30%以上の窒化物であることが好ましい。また、バナジウムを含有する窒化物は、金属部分の原子比率でバナジウムが60%以上の窒化物であることが好ましい。より好ましくは70%以上、更には80%以上である。

[0018] 耐摩耗性と耐熱性に優れるクロムを含有する窒化物と、摺動特性に優れるバナジウムを含有する窒化物の両特性を効果的に発現させるには、積層皮膜の個々の膜厚を100nm以下とすることが好ましい。積層皮膜の個々の膜厚を制御することで、上記の諸特性をバランスよく併せもった被覆金型となる。そして、使用中の各温度環境でも皮膜摺動面の凹凸発生が抑えられ、かつ被加工材への攻撃性も低いことから、摺動時に発生するカジリ等の損傷を抑制し、被覆金型の寿命を改善できる。より好ましい個々の膜厚は、50nm未満、更には20nm未満である。また、個々の膜厚は3nm以上であることが好ましい。

[0019] 更に、本発明では、過酷な使用環境下でも十分な摺動特性を再現するために、バナジウムを含有する窒化物の膜厚がクロムを含有する窒化物の膜厚よりも厚膜であることが好ましい。更に、バナジウムを含有する窒化物の膜厚がクロムを含有する窒化物の膜厚より1.5倍以上であれば、摺動特性を高めるバナジウムの酸化物が十分に生成されるのでより好ましい。より好まし

くは2.0倍以上である。

また、概ね300℃以上の使用温度域になると、バナジウムを主体とする化合物の酸化が更に進行することから、過剰な酸化物が形成されるため、使用環境によっては、耐摩耗性が低下する場合がある。そのため、バナジウムを含有する窒化物の膜厚はクロムを含有する窒化物の膜厚の4.0倍以下とすることが好ましい。

[0020] 本発明のA層は多層の場合、クロム窒化物とバナジウム窒化物との積層被膜であることが好ましく、クロム窒化物とバナジウム窒化物とが交互に積層していることがさらに好ましい。またクロム窒化物は、周期律表の4a族、5a族、6a族の金属元素およびアルミニウム（Al）、ケイ素（Si）、ホウ素（B）から選択される1種または2種以上の元素が添加されていてもよい。

[0021] B層は、 sp^2 結合、 sp^3 結合などの炭素原子同士の結合を有するカーボン、および/または炭素原子同士の結合を有していないフリーカーボンを含んだダイヤモンドライクカーボン皮膜であることが好ましい。より高い摺動特性を付与するためには、 sp^3 結合よりも sp^2 結合の含有量が多いダイヤモンドライクカーボン皮膜であることが好ましい。B層は、B層を構成する元素のうち炭素原子が最も多い範囲であれば、必要に応じて他の元素を含有してもよい。

B層は、耐摩耗性や耐熱性等の特性を付与するために、金属（半金属を含む）元素を含有することが好ましい。B層に含まれる金属（半金属を含む）元素は、金属、合金、炭化物、窒化物、炭窒化物、炭酸窒化物、炭ホウ化物等の化合物の形態で含有すればよい。好ましくは金属（半金属を含む）元素の含有比率（原子%）は2%以上である。更には、5%以上であることが好ましい。但し、金属（半金属を含む）元素の含有比率が多くなると、摺動特性が低下する傾向にある。そのため、B層は、金属（半金属を含む）元素の含有比率（原子%）が20%以下であることが好ましい。更には、10%以下であることが好ましい。

また、B層は、耐熱性を付与するために、窒素を含有したダイヤモンドライクカーボン皮膜であることが好ましい。ダイヤモンドライクカーボン皮膜が窒素を含有することで、皮膜により優れた耐熱性を付与することができる。好ましくは窒素の含有比率（原子％）は5％以上である。更には、10％以上であることが好ましい。但し、窒素の含有量が多くなり過ぎると摺動特性が低下する傾向にある。そのため、B層は、優れた耐熱性を付与するために、窒素の含有比率（原子％）が20％以下であることが好ましい。更には、15％以下であることが好ましい。

また、B層は、水素を含有するダイヤモンドライクカーボン皮膜であることが好ましい。ダイヤモンドライクカーボン皮膜が水素を含有することで、皮膜硬度が低下してより優れた摺動特性を付与することができる。好ましくは水素の含有比率（原子％）が5％以上である。更には、10％以上であることが好ましい。但し、水素の含有量が多くなり過ぎると耐摩耗性が低下する傾向にある。そのため、B層は、水素の含有比率（原子％）が30％以下であることが好ましい。更には、25％以下であることが好ましい。

B層は、金属（半金属を含む）元素、窒素、水素をそれぞれを単独で含有してもよいし、同時に含有してもよい。例えば、B層は、金属（半金属を含む）元素、窒素、水素を同時に含有してもよいし、窒素、水素のみを含有してもよいし、金属（半金属を含む）元素と窒素のみを含有してもよいし、金属（半金属を含む）元素と水素のみを含有してもよい。

B層は単層であっても多層であってもよい。B層は、Ar等の希ガスや酸素等を含みうる。

[0022] B層は、膜厚が1 μ m以上であることが好ましい。更には、2 μ m以上であることが好ましい。但し、膜厚が厚くなり過ぎると、加工条件によっては皮膜剥離が発生し易くなる場合がある。そのため、B層の膜厚は15 μ m以下であることが好ましい。更には、12 μ m以下であることが好ましい。

[0023] 本発明の金型材料は特段に定めるものではないが、冷間ダイス鋼、熱間ダイス鋼、高速度工具鋼または超硬合金等を適宜使用することができる。金型

は、窒化処理または浸炭処理等といった拡散を利用した表面硬化処理を予め適用したものでよい。

[0024] 本発明に係る硬質皮膜は、PVD法で被覆することで、冷間ダイス鋼、熱間ダイス鋼または高速度鋼等の金型材料の焼き戻し温度より低温で被覆処理が可能となり、金型の寸法の変動を抑制することができる。また、硬質皮膜に残留圧縮応力を付与することができ、硬質皮膜の機械特性も改善できるので好ましい。

A層は、PVD法の中でも皮膜の密着性に優れるアークイオンプレーティング法で被覆することが好ましい。アークイオンプレーティング法でA層を被覆した後、炉内から試料を取出してA層の表面を研磨し、その後、スパッタリング法でB層を被覆することが好ましい。B層をスパッタリング法で被覆することでより平滑で摺動特性に優れるダイヤモンドライクカーボン皮膜を被覆することができる。B層の被覆では、グラファイトターゲットに電力を投入して、反応ガスとして炭化水素ガスと窒素ガスを用いてスパッタリング法で被覆することが好ましい。特に非平衡マグネトロンスパッタリング法を用いて被覆することが好ましい。また、B層の被覆では、プラズマCVDを用いてもよい。プラズマCVDを用いることで、より生産性が優れるので好ましい。

B層の表面は、より平滑な表面状態にするため研磨しても良い。

[0025] A層の表面を研磨するには、次のような機械的研磨が好ましい。

(1) ダイヤモンドペースト等の研磨剤を保持した研磨布で硬質皮膜の表面を磨く方法

(2) ダイヤモンド粒子と含水した研磨剤を用い、金型に被覆された皮膜に研磨剤を高速で滑走させて、発生する摩擦力によって磨く、いわゆるエアロラップ（登録商標）等による研磨方法

また本発明では上記の研磨方法に加えてエアーを使用せずに弾性と粘着性を持った研磨剤を噴射することで磨く、いわゆるスマップ（SMAP）（亀井鉄工所製の鏡面ショットマシンである）等による研磨を行ってもよく、こ

これらの機械的研磨の後に3 μm 以下のダイヤモンドペースト磨きを行っても良い。これらにより、より好ましい平滑化が実現できる。

これらの研磨によりA層の表面粗さを算術平均粗さ $R_a \leq 0.2 \mu\text{m}$ 、最大高さ $R_z \leq 2.0 \mu\text{m}$ 、スキューネス $R_{sk} < 0$ とする。尚、算術平均粗さ R_a を0.05 μm 以下、最大高さ R_z を1.00 μm 以下としておくことが好ましい。

[0026] 金型とA層の間には、金型とA層との密着性を高めるために、必要に応じて、金属、炭化物、炭窒化物またはA層の組成と異なる窒化物等の硬質皮膜を被覆してもよい。

また、A層とB層の密着性を高めるために、必要に応じて、B層を被覆する前にA層の組成と異なる別の皮膜を設けてもよい。このとき、A層の表面を研磨した後、金属、炭化物、炭窒化物またはA層の組成と異なる窒化物等の硬質皮膜を設けることが好ましい。

このA層とB層との間の皮膜は、より密着性を高めるために金属チタンを含有する皮膜であることがより好ましい。

また、B層の上層には、必要に応じて、金属、炭化物、炭窒化物または窒化物等の硬質皮膜を被覆してもよい。

[0027] 本発明は、金型の作業面が被加工材と激しく摺動する環境にある塑性加工用金型に適用することが好ましい。特に、被加工材が400°C以上に加熱される温間加工や熱間加工に適用される被覆金型に適用することで、寿命改善の効果が大きく好ましい。

更には、被加工材を加熱してプレス成形と同時に焼入れを行うホットスタンピング用金型に適用することが好ましい。更には、アルミや亜鉛等をメッキしたメッキ鋼板を加工する金型に適用することが好ましい。

実施例 1

[0028] A層の被覆には、複数のターゲットが取り囲む中心で金型が回転する構造のアーカイオンプレーティング装置を用いた。硬質皮膜の金属または合金成分を構成する金属ターゲットを粉末冶金法で作製し、この金属ターゲットを

アーキオンプレーティング装置に装着した。金型には熱間ダイス鋼SKD 61の鏡面仕上げ品を使用し、アーキオンプレーティング装置に入れる前に、十分に脱脂洗浄を行った。コーティング装置内における初期工程としては、チャンバーに設置された図示しない加熱用ヒーターにより、金型を450℃付近に加熱し、50分間保持した。次に、Arガスを導入し、金型には-200V~-500Vのバイアス電圧を印加して、20分間のプラズマクリーニング処理（Arイオンエッチング）を行った。

続いて、金型には-800Vのバイアス電圧を印加して、金属Tiターゲットを用いて金属イオンエッチングを約5分間行った（金属イオンエッチング後の冷却を含む）。以下、各試料の被覆条件の詳細を説明する。

[0029] <試料No. 1>

金型のイオンエッチング後、窒素ガスを導入し、金型には-130Vのバイアス電圧を印加して、金型温度450℃、反応ガス圧力3.0Pa、アーク電流100Aの条件で、約3.0~5.0μmの膜厚になるようCrNであるA層を被覆した。被覆工程中の金型の回転数は3rpmとした。

その後、CrNの表面を平滑に研磨するため、金型をチャンバーから取り出して、ヤマシタワークス社製エアロラップ装置(AERO LAP YT-300)を使用して表面研磨を行った。さらにその後、1μmのダイヤモンドペーストにてポリッシング研磨し、算術平均粗さRaが0.2μm以下、かつ最大高さRzが2.0μm以下、スキューネスRskが0未満となるように研磨した。

[0030] B層の被覆には、スパッタリング装置を使用した。この装置には金属TiターゲットとグラファイトCターゲットを装着した。A層が被覆された金型を十分に脱脂洗浄した後、スパッタリング装置内に設置した。スパッタリング装置内における初期工程としては、チャンバーに設置された加熱用ヒーターにて200℃付近に加熱し、50分保持した。次に、Arガスを導入し、金型には-200V~-500Vのバイアス電圧を印加して、20分間のプラズマクリーニング処理（Arイオンエッチング）を行った。

次に、金型には -50V のバイアス電圧を印加し、 Ar ガス、炭化水素ガス、窒素ガスを導入し、スパッタ電力 $0.5\text{kW}\sim 10\text{kW}$ の条件で、金属チタンと炭素とからなる（炭化チタンを含む）中間層を被覆し、その上に、最表層である約 $4\mu\text{m}$ 程度の膜厚を有するダイヤモンドライクカーボンのB層を被覆した。被覆工程中の金型の回転数は 3rpm とした。

[0031] <試料No. 2、3>

A層として Al60Cr37Si3N (at%)とVNとの交互積層構造（以下、 $\text{AlCrSiN}/\text{VN}$ とも記載する。）からなる被膜を形成した。その他のB層の条件等は、試料No. 1と同じとした。

[0032] <試料No. 11>

A層として CrN を被覆し、A層表面研磨には、ヤマシタワークス社製エアロラップ装置(AERO LAP YT-300)による研磨のみを実施した。その後のB層の成膜条件等は試料No. 1と同じとした。

[0033] <試料No. 12、13>

試料No. 12はA層に CrN 、試料No. 13はA層に $\text{AlCrSiN}/\text{VN}$ を被覆し、いずれもA層の表面研磨を実施せずに、B層を被覆した。B層の成膜条件は試料No. 1と同じとした。

[0034] <試料No. 14、15、16>

試料No. 14、15、16のいずれもA層に CrN を被覆し、B層の被覆は行わなかった。試料No. 14はA層の表面研磨に、エアロラップによる研磨と、 $1\mu\text{m}$ のダイヤモンドペーストによるポリッシング研磨とを実施した。試料No. 15はA層の表面研磨にエアロラップによる研磨のみを行い、試料No. 16はA層の表面研磨を実施しなかった。表1には各試料の試験条件を示す。また図2に本発明例である試料No. 2の被膜断面の拡大写真を、図3に比較例である試料No. 14の被膜断面の拡大写真を示す。

[0035]

[表1]

試料 No	A層組成	A層の膜厚	A層の研磨	B層組成	備考
1	CrN	6 μ m	エアロラップ+ポリッシング	DLC	本発明例
2	AlCrSiN/VN	6 μ m	エアロラップ+ポリッシング	DLC	本発明例
3	AlCrSiN/VN	9 μ m	エアロラップ+ポリッシング	DLC	本発明例
11	CrN	6 μ m	エアロラップのみ	DLC	比較例
12	CrN	6 μ m	無し	DLC	比較例
13	AlCrSiN/VN	6 μ m	無し	DLC	比較例
14	CrN	6 μ m	エアロラップ+ポリッシング	無し	比較例
15	CrN	6 μ m	エアロラップのみ	無し	比較例
16	CrN	6 μ m	無し	無し	比較例

[0036] これらの試料について、その硬質皮膜の表面粗さ測定、スクラッチ試験、耐熱試験、ボールオンディスク試験を行った。各評価試験方法を以下に示す。

[0037] (表面粗さ測定)

表面粗さの測定には、東京精密（株）製触針式粗さ計（サーフコム）を用いた。測定条件は評価長さ4 mm、測定速度0.3 mm/s、カットオフ値0.8 mm、フィルタ種別をガウシアンとした。測定結果を表2に示す。本発明例である試料No. 1～3は、いずれも $R_a \leq 0.2$ mm、 $R_z \leq 2.0$ mm、 $R_{sk} < 0$ という値を示しており、表面が平滑かつ凸部が少ないことが分かる。A層表面をエアロラップ研磨のみで仕上げた比較例の試料No. 11と15は、 $R_{sk} > 0$ であり、狙いとする表面粗さを満足していない。A層表面の研磨を実施していない他の比較例試料においても、 $R_z > 2.0$ 、 $R_{sk} > 0$ となっており、目標とする表面粗さを有していなかった。また、No. 14は、B層が形成されていなく、表2に示す表面粗さは、A層の表面粗さであり、このA層の表面粗さが $R_a \leq 0.2$ mm、 $R_z \leq 2.0$ mm、 $R_{sk} < 0$ となっている。このNo. 14は、No. 1～3と同じA層の研磨を行っている。つまり、No. 1～3のA層の表面粗さも $R_a \leq 0.2$ mm、 $R_z \leq 2.0$ mm、 $R_{sk} < 0$ となっていることがわかる。

[0038] (スクラッチ試験)

続いて皮膜の密着性を評価するために、CSM社製スクラッチ試験機（REVEST）を用い、皮膜の剥離荷重を測定した。

測定条件は、測定荷重：0.9～120N、荷重スピード：99.25N/min、スクラッチスピード：10mm/min、スクラッチ距離：12mm、AE感度：5、圧子：ロックウェル、ダイヤモンド、先端半径：200μm、ハードウェア設定：Fnコンタクト0.9N、Fnスピード：5N/s、Fn除去スピード：10N/s、アプローチスピード：2%/sとした。皮膜の剥離臨界荷重値は、測定によって得られる摩擦力が変動した荷重値、または硬質皮膜が金型から全て剥がれた時の荷重とした。測定結果を表2および図1に示す。

表2および図1より、いずれの試料も剥離臨界荷重値は90N以上の高い密着性が得られている。これは被膜が5μm以上と非常に厚いためであり、その中でもA層の膜厚が9μmと、他の試料よりも厚くなっている本発明例の試料No. 3は、120Nの測定荷重においても剥離が発生しなかった。

[0039] （耐熱試験）

耐熱試験は被膜の耐酸化性を評価するために、各試料を恒温制御式の大気炉にて、400℃×1h加熱した後、被膜断面観察により、膜厚の減少や酸化層の形成の有無から、被膜の耐熱性を評価した。例えばC（炭素）からなるDLC被膜等の場合、酸化すると被膜のCがCO₂ガスとなるため、膜厚の低減が発生する。窒化物被膜の場合は、酸化が進行すると窒化物が酸化物に置き換わり、その結果、低密度な酸化物被膜が形成する。測定結果を表2と図4に示す。いずれの試料も大気炉による加熱後は、被膜厚みの減少や、酸化層の形成は発生しておらず、耐熱性に問題はないことが確認できた。

[0040]

[表2]

試料No.	表面粗さ			スクラッチ試験(N) ※剥離 臨界荷重値	耐熱試験 ※膜厚の減少 ※酸化層の形成	備考
	Ra(μm)	Rz(μm)	Rsk			
1	0.015	0.173	-1.449	95	無し	本発明例
2	0.048	0.551	-3.522	104	無し	
3	0.042	0.778	-4.290	120 超	無し	
11	0.053	0.988	1.371	97	無し	比較例
12	0.175	2.595	3.567	100	無し	
13	0.373	3.959	2.529	109	無し	
14	0.020	0.458	-2.985	93	無し	
15	0.031	0.808	4.455	98	無し	
16	0.088	2.280	5.210	103	無し	

[0041] (ボールオンディスク試験)

各試料について、相手材をZnおよびAlとしたときの摺動特性を評価した。試験条件は、ボールオンディスク試験機(CSM Instruments社製Tribometer)を使用した。25℃(常温)にて、コーティング皮膜に相手材となる先端径φ6のZnピン、またはφ6のAlボールを10Nの荷重で押し付けながら、円盤状試験片を10cm/秒の速度で回転させた。試験距離は、50mとし、摩擦係数は全試験距離の平均値をとった。表3、図4および図5に各温度における各種皮膜の摩擦係数を示す。また、図6に摺動部の外観写真を示す。

本発明例の試料No. 1~3は、相手材がZnおよびAlの場合において、摺動面への凝着は確認されなかった。また摩擦係数についても、Znに対して0.15以下、Alに対しては0.25以下と低い値を示しており、安定した摩擦挙動を有していた。これに対して表面粗さが粗い比較例のNo. 11~13は、相手材がZnおよびAlの場合において凝着が多くなり、摩擦係数も大きくなっていった。B層を被覆していない比較例の試料No. 14~16は、表面粗さに関係なく相手材が凝着していた。

[0042]

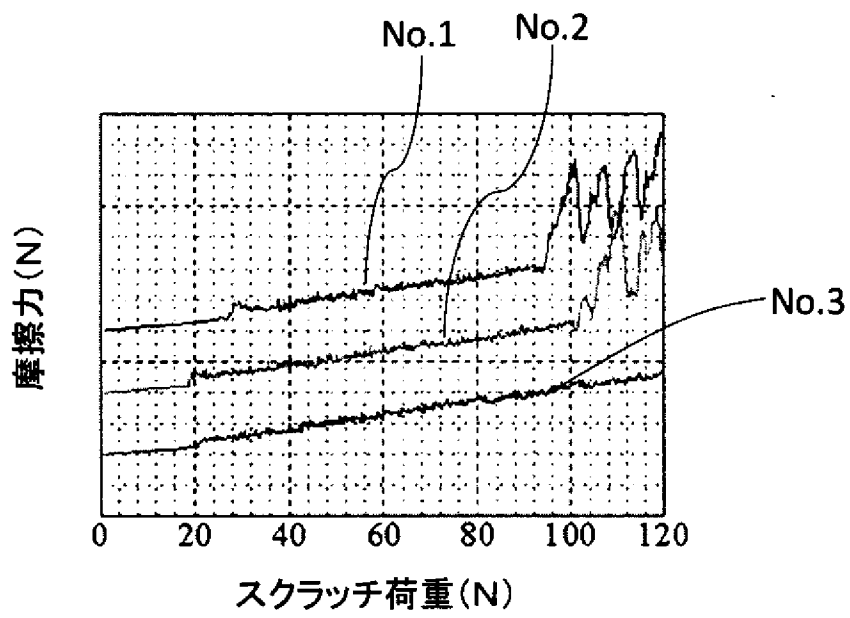
[表3]

試料 No.	ボールオンディスク試験 ※相手材凝着の有無		ボールオンディスク試験 ※平均の摩擦係数		総合評価	備考
	相手材:Zn	相手材:Al	相手材:Zn	相手材:Al		
1	無し	無し	0.12	0.25	○	本発明例
2	無し	無し	0.12	0.26	○	
3	無し	無し	0.13	0.23	○	
11	有り	有り	0.18	0.30	×	比較例
12	有り	有り	0.36	0.59	×	
13	有り	有り	0.34	0.62	×	
14	有り(微量)	有り	0.34	0.43	×	
15	有り	有り	0.82	0.64	×	
16	有り	有り	0.74	0.81	×	

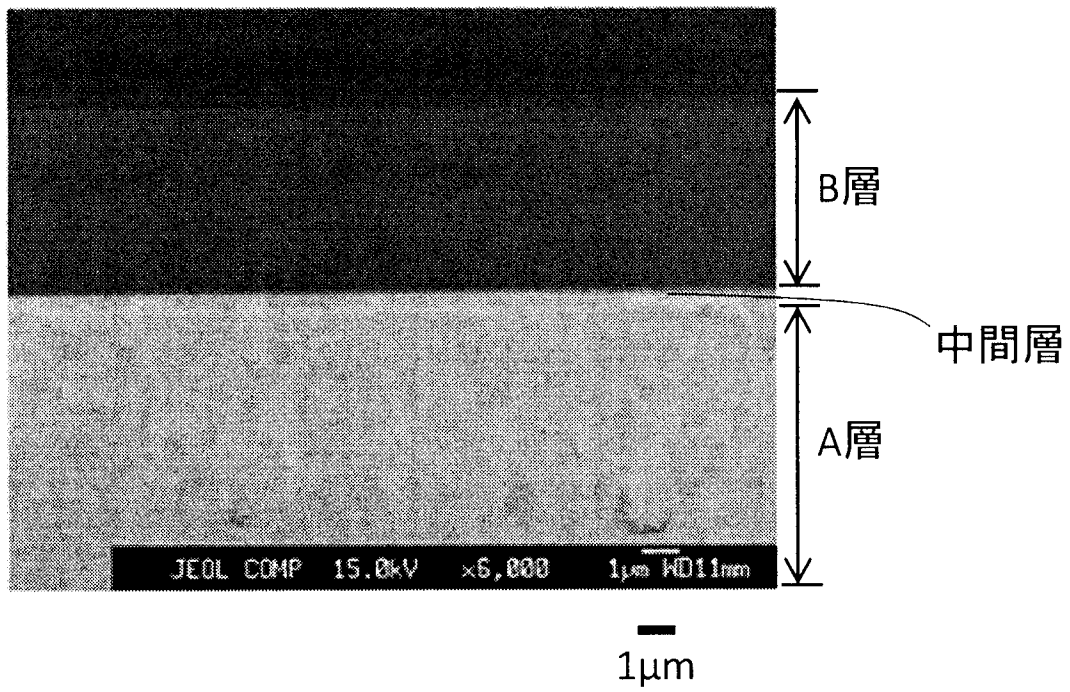
請求の範囲

- [請求項1] 表面に硬質皮膜を有する被覆金型であって、前記硬質皮膜は、膜厚が $5\ \mu\text{m}$ 以上の窒化物からなるA層と、ダイヤモンドライクカーボン皮膜からなるB層とを含み、前記B層は前記A層よりも外表面側にあり、前記B層の表面が、算術平均粗さ $R_a \leq 0.2\ \mu\text{m}$ 、最大高さ $R_z \leq 2.0\ \mu\text{m}$ 、スキューネス $R_{sk} < 0$ を満たすことを特徴とする被覆金型。
- [請求項2] 前記A層がクロムを含有する窒化物とバナジウムを含有する窒化物とが交互に積層された積層皮膜であることを特徴とする、請求項1に記載の被覆金型。
- [請求項3] 前記A層の膜厚が $8\ \mu\text{m}$ 以上であることを特徴とする、請求項1または2に記載の被覆金型。
- [請求項4] 表面に硬質皮膜を有する覆金型の製造方法であって、
膜厚が $5\ \mu\text{m}$ 以上の窒化物からなるA層を被覆する工程と、
前記A層の表面を研磨し、前記A層の表面粗さを $R_a \leq 0.2\ \mu\text{m}$ 、 $R_z \leq 2.0\ \mu\text{m}$ 、 $R_{sk} < 0$ とする表面研磨工程と、
前記A層の表面研磨工程の後、ダイヤモンドライクカーボン皮膜からなるB層を被覆する工程と、を含み、
前記B層の表面が、算術平均面粗さ $R_a \leq 0.2\ \mu\text{m}$ 、最大高さ $R_z \leq 2.0\ \mu\text{m}$ 、スキューネス $R_{sk} < 0$ を満たすことを特徴とする被覆金型の製造方法。
- [請求項5] 前記A層の膜厚が $8\ \mu\text{m}$ 以上であることを特徴とする、請求項4に記載の被覆金型の製造方法。

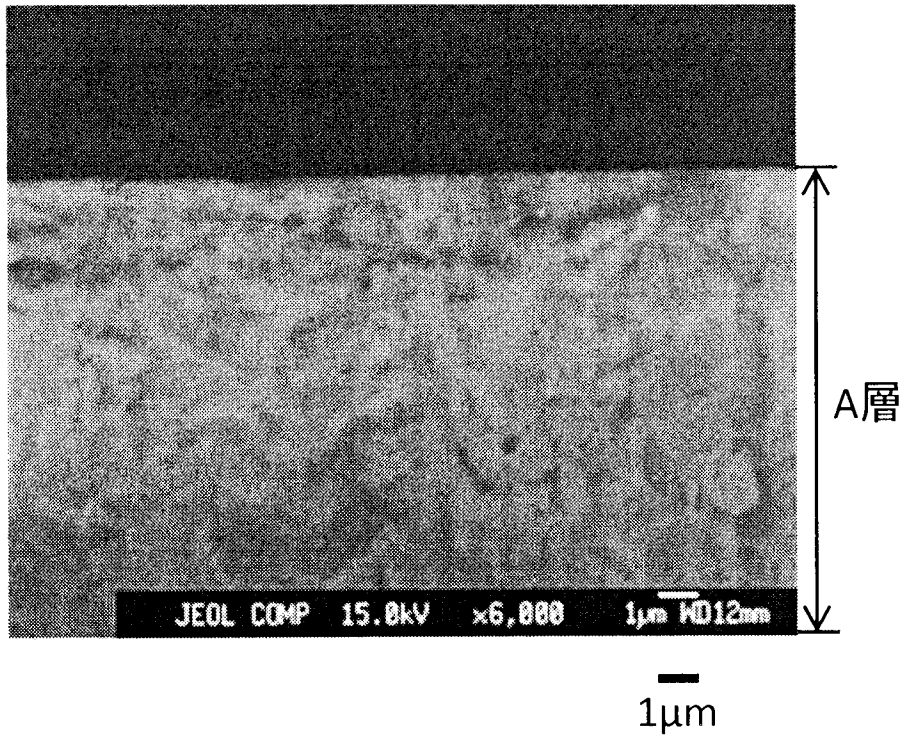
[図1]



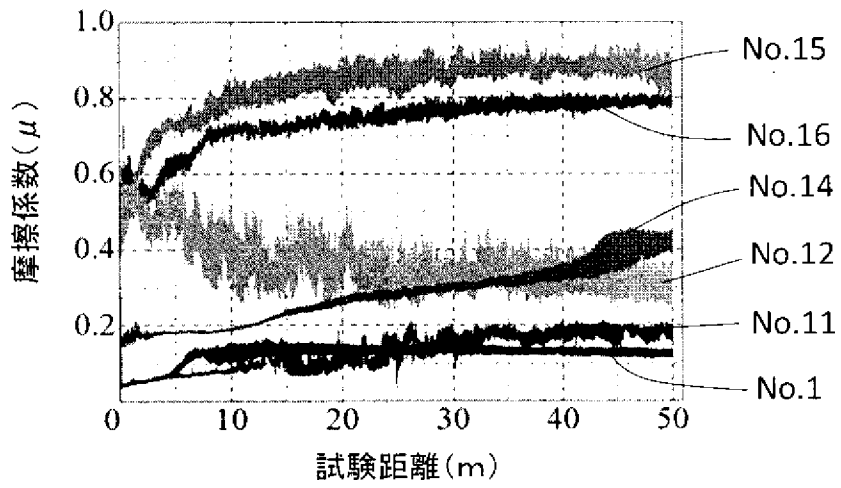
[図2]



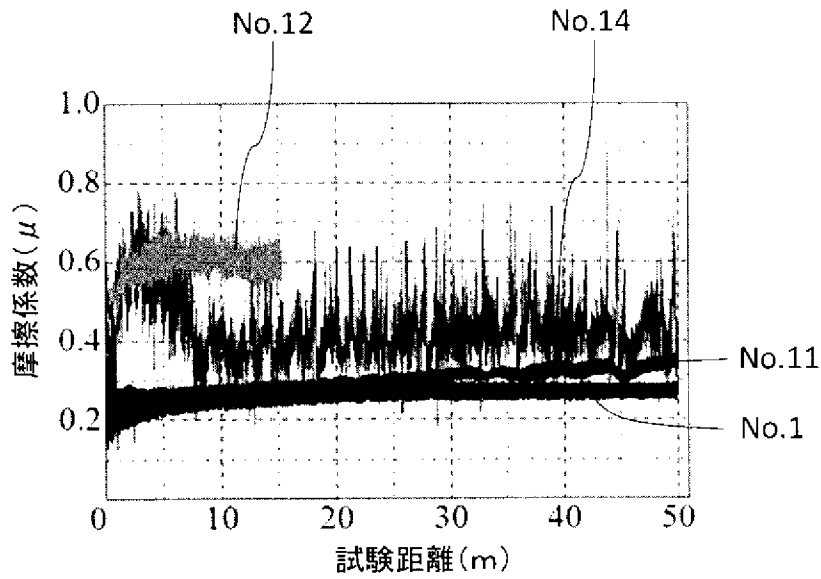
[図3]



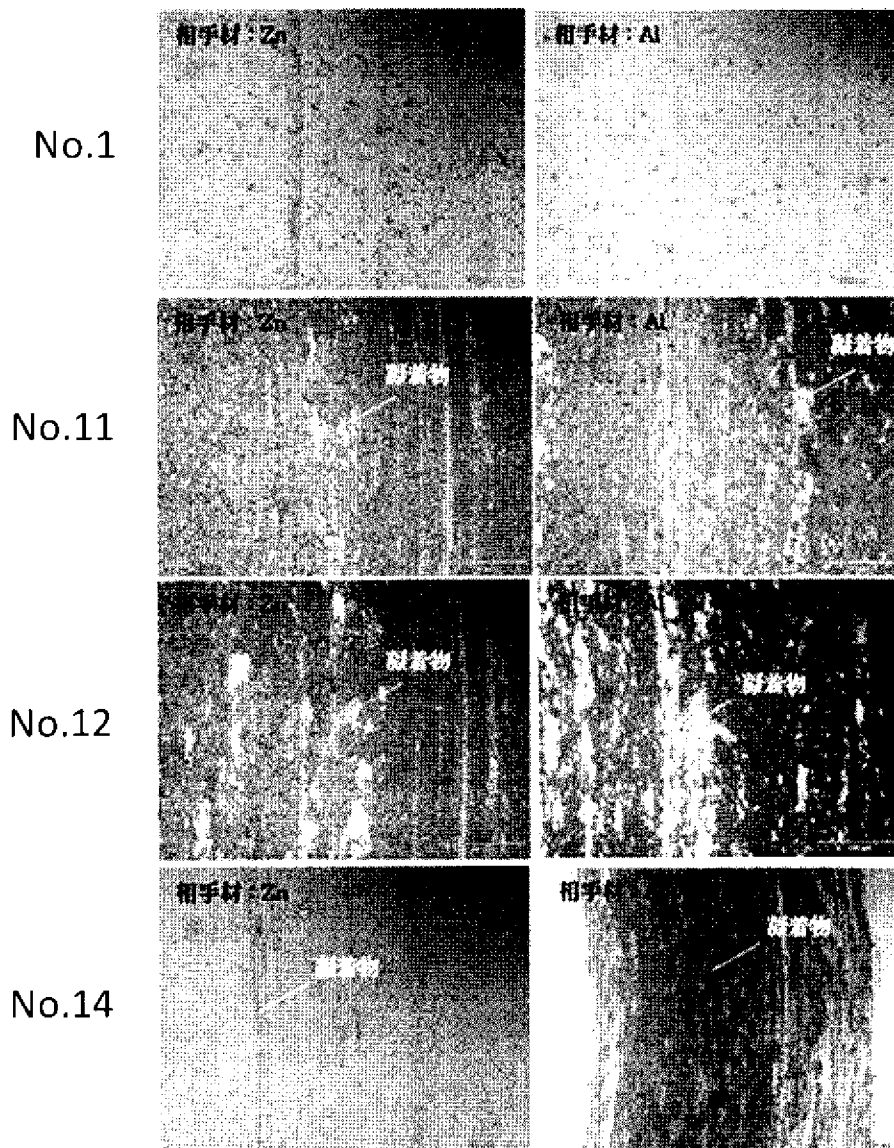
[図4]



[図5]



[図6]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/062828

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER C23C14/06(2006.01)i, B21D37/01(2006.01)i, B21J13/02(2006.01)i, C23C14/02(2006.01)i According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C23C14/06, B21D37/01, B21J13/02, C23C14/02 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2016 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2016 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2016 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 2010-284710 A (Hitachi Metals, Ltd.), 24 December 2010 (24.12.2010), paragraphs [0063] to [0065], [0072], [0090] (Family: none)	1, 3 2, 4-5
Y A	JP 2011-183545 A (Hitachi Tool Engineering Ltd.), 22 September 2011 (22.09.2011), claim 6; paragraphs [0022], [0025], [0032] to [0033] (Family: none)	1, 3 2, 4-5
Y A	JP 2012-232344 A (Nippon Koshuha Steel Co., Ltd.), 29 November 2012 (29.11.2012), paragraphs [0033] to [0035], [0048] to [0049] (Family: none)	1, 3 2, 4-5
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 24 June 2016 (24.06.16)		Date of mailing of the international search report 05 July 2016 (05.07.16)
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/062828

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2009-166096 A (Tocalo Co., Ltd.), 30 July 2009 (30.07.2009), (Family: none)	1-5
A	JP 2012-115869 A (Kobe Steel, Ltd.), 21 June 2012 (21.06.2012), & US 2012/0131980 A1 & CN 102527899 A	1-5
A	JP 2007-313636 A (Kyocera Corp.), 06 December 2007 (06.12.2007), & US 2007/0253787 A1	1-5

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C23C14/06(2006.01)i, B21D37/01(2006.01)i, B21J13/02(2006.01)i, C23C14/02(2006.01)i										
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C23C14/06, B21D37/01, B21J13/02, C23C14/02										
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2016年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2016年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2016年</td> </tr> </table>			日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2016年	日本国実用新案登録公報	1996-2016年	日本国登録実用新案公報	1994-2016年
日本国実用新案公報	1922-1996年									
日本国公開実用新案公報	1971-2016年									
日本国実用新案登録公報	1996-2016年									
日本国登録実用新案公報	1994-2016年									
国際調査で利用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)										
C. 関連すると認められる文献										
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号								
Y A	JP 2010-284710 A (日立金属株式会社) 2010.12.24, [0063]-[0065], [0072], [0090] (ファミリーなし)	1, 3 2, 4-5								
Y A	JP 2011-183545 A (日立ツール株式会社) 2011.09.22, [請求項 6], [0022], [0025], [0032]-[0033] (ファミリーなし)	1, 3 2, 4-5								
Y A	JP 2012-232344 A (日本高周波鋼業株式会社) 2012.11.29, [0033]-[0035], [0048]-[0049] (ファミリーなし)	1, 3 2, 4-5								
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。										
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献										
国際調査を完了した日 24.06.2016	国際調査報告の発送日 05.07.2016									
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 細川 翔多 電話番号 03-3581-1101 内線 3363	3 P 5271								

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2009-166096 A (トーカロ株式会社) 2009.07.30, (ファミリーなし)	1-5
A	JP 2012-115869 A (株式会社神戸製鋼所) 2012.06.21, & US 2012/0131980 A1 & CN 102527899 A	1-5
A	JP 2007-313636 A (京セラ株式会社) 2007.12.06, & US 2007/0253787 A1	1-5