

(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
2014 年 5 月 22 日(22.05.2014)



(10) 国際公開番号
WO 2014/077382 A1

- (51) 国際特許分類:
B21D 39/20 (2006.01) *C10M 107/02* (2006.01)
B21D 37/18 (2006.01) *B21D 53/08* (2006.01)
C10M 105/04 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2013/081009
- (22) 国際出願日: 2013 年 11 月 18 日(18.11.2013)
- (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 2012-252895 2012 年 11 月 19 日(19.11.2012) JP
- (71) 出願人: 株式会社 U A C J (UACJ CORPORATION) [JP/JP]; 〒1000004 東京都千代田区大手町一丁目 7 番 2 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 上田 薫(UEDA Kaoru); 〒1000004 東京都千代田区大手町一丁目 7 番 2 号 株式会社 U A C J 内 Tokyo (JP). 戸谷 友貴(TOTANI Yuki); 〒1000004 東京都千代田区大手町一丁目 7 番 2 号 株式会社 U A C J 内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 特許業務法人あいち国際特許事務所 (AI-CHI, TAKAHASHI, IWAKURA & ASSOCIATES); 〒

4500002 愛知県名古屋市中村区名駅 3 丁目 2 6 番 1 9 号 名駅永田ビル Aichi (JP).

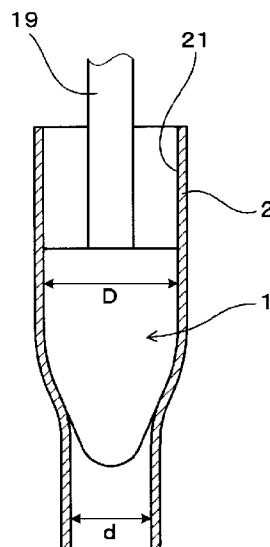
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, 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, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーロシ ア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, 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).

[続葉有]

(54) Title: TUBE EXPANSION PLUG AND METAL TUBE EXPANSION METHOD

(54) 発明の名称: 拡管プラグ及び金属管の拡管方法

(図 1)



(57) Abstract: A tube expansion plug (1) to be used for expanding the outer diameter of a metal tube (2) by forcibly inserting the tube expansion plug, which has an outer diameter larger than the inner diameter of the tube, into the metal tube, and a tube expansion method using same. The tube expansion plug has a main plug body section (10), a ground layer (11) covering the surface thereof, and a DLC film (12) covering the ground layer. The ratio $(A_H)/(A_C)$ of the proportion (A_H) (atm%) of hydrogen atoms in the DLC film to the proportion (A_C) (atm%) of carbon atoms is 0.03 to 0.15 on average. The ratio $(PI_G)/(PI_D)$ of the G-band peak intensity (PI_G) to the D-band peak intensity (PI_D) in the Raman spectrum of the DLC film is less than 3.

(57) 要約:

[続葉有]

WO 2014/077382 A1



添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

金属管 (2) 内にその内径よりも大きな外径を有する拡管プラグ (1) を強制的に挿入して金属管の外径を拡張させるために用いられる拡管プラグ及びこれを用いた拡管方法である。拡管プラグは、プラグ本体部 (10) と、その表面に被覆された下地層 (11) と、その上に被覆された DLC 膜 (12) とを有する。DLC 膜中の水素原子数の割合 A_H (atm%) と炭素原子数の割合 A_C (atm%) との比 A_H/A_C が平均で 0.03 以上かつ 0.15 以下である。また、DLC 膜のラマンスペクトルにおける G バンドのピーク強度 P_{IG} と D バンドのピーク強度 P_{ID} との比 P_{IG}/P_{ID} が 3 未満である。

明 細 書

発明の名称： 拡管プラグ及び金属管の拡管方法

技術分野

[0001] 本発明は、金属管の拡管に用いる拡管プラグ、及びこれを用いた金属管の拡管方法に関する。

背景技術

[0002] 冷蔵庫や空調用エアコンディショナーには、一般にクロスフィンチューブタイプの熱交換器が用いられている。この熱交換器は、空気側のフィン材と、冷媒側の金属管からなる冷媒配管とから構成されている。

[0003] このようなクロスフィンチューブタイプの熱交換器は、一般に、次のようにして作製されている。

まず、所定のカラー部を有するフィン材が積層される。次いで、円筒状のカラー部内に金属管が挿入される。その後、金属管内に金属管の内径よりも大きな外径を有する拡管プラグが強制的に挿入されて金属管の外径が拡張される拡管加工が行われる。これにより、金属管がフィン材に固着される。その結果、クロスフィンチューブタイプの熱交換器が得られる。金属管としては、銅管あるいはアルミニウム管等が用いられている。

[0004] 近年、家電製品の小型化、高性能化、高信頼性化、低コスト化がさらに求められている。そして、熱交換器に用いられる金属管においても、従来以上の高信頼性および低コスト化が要求されている。信頼性向上のためには、金属管内の残留油を少なくする必要がある。また、低コスト化のためには加工時に使用される潤滑油量を低減させる必要がある。

[0005] そこで、拡管加工の際には、拡管治具と金属管との摩擦を低減しつつ潤滑油量を少なくするために、高粘度の潤滑油が用いられていた。拡管加工後の金属管内に付着した潤滑油は、揮発させて除去される。しかし、一般的に粘度の高い潤滑油は揮発性に劣る。そのため、除去工程においても潤滑油が十分に除去されず、金属管内に残留するおそれがあった。その結果、熱交換器

の信頼性が低下するおそれがあった。また、コスト低減のために潤滑油量が減らされると、拡管治具と金属管とが焼付くおそれがあった。その結果、拡管加工を行うことができなくなるおそれがあった。

[0006] そこで、ダイヤモンドライクカーボン（以下、適宜「DLC」という）皮膜を形成した拡管治具を用いることにより、拡管加工に使用する潤滑油量の低減を図る技術が開発されている（特許文献1参照）。

また、DLC膜を用いたその他の技術としては、摺動部材の表面にDLC膜を形成する技術（特許文献2参照）や、被加工面との当接面にDLC膜等の硬質炭素被膜を備えた転造加工用工具に関する技術が開発されている（特許文献3参照）。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特開2008-093713号公報

特許文献2：特開2012-007199号公報

特許文献3：特開2005-066700号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] しかしながら、どのようなDLC膜が拡管プラグに適しているかはこれまで明かにされていない。したがって、DLC膜を形成した拡管プラグを用いても、必ずしも拡管荷重を十分に低くすることはできていない。特に、アルミニウム管のような金属管は、摩擦抵抗が大きいため、拡管加工時における拡管荷重が大きくなりやすい。そのため、潤滑油を使用していても、拡管プラグと金属管との摩擦が大きくなり、金属の摩耗粉が発生するおそれがある。そして、この摩耗粉が拡管プラグに凝着すると、拡管荷重がさらに高くなるという悪循環を引き起こすとともに、拡管プラグの寿命が低下する。そこで、DLC膜を備えた拡管プラグの更なる改良が望まれている。

[0009] 本発明は、かかる背景に鑑みてなされたものであり、少量の潤滑油でも拡

管荷重を充分かつ確実に小さくできると共に、金属摩耗粉の凝着を充分かつ確実に抑制することができ、さらに耐久性に優れた拡管プラグ、及びこれを用いた金属管の加工方法を提供しようとするものである。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明の一態様は、金属管内に該金属管の内径よりも大きな外径を有する拡管プラグを強制的に挿入して上記金属管の外径を拡張させるために用いられる拡管プラグであって、

該拡管プラグは、プラグ本体部と、該プラグ本体部の表面に被覆された下地層と、該下地層上に被覆されたダイヤモンドライクカーボン膜とを有し、

上記下地層は、S i、T i、Z r、V、N b、T a、C r、M o、Wから選ばれる1種または2種以上からなり、

上記ダイヤモンドライクカーボン膜中の水素原子数の割合 A_H (a t m%)と炭素原子数の割合 A_C (a t m%)との比 A_H/A_C が、平均で0.03以上かつ0.15以下であり、

上記ダイヤモンドライクカーボン膜のラマンスペクトルにおけるGバンドのピーク強度 $P I_G$ とDバンドのピーク強度 $P I_D$ との比 $P I_G/P I_D$ が3未満であることを特徴とする拡管プラグにある。

[0011] 本発明の他の態様は、金属管内に上記拡管プラグを強制的に挿入して上記金属管の外径を拡張させる金属管の拡管方法であって、

上記金属管と上記拡管プラグとの間に、温度40℃における動粘度が0.5～20 c S tである潤滑油を存在させた状態で上記金属管の拡管を行うことを特徴とする金属管の拡管方法にある。

発明の効果

[0012] 上記拡管プラグは、その表面に、 A_H/A_C 及び $P I_G/P I_D$ が上記特定の範囲にあるD L C膜を有している。即ち、上記拡管プラグにおいては、D L C膜の組成（H原子数割合とC原子数割合との比 A_H/A_C の平均）及び構造（ラマンスペクトルにおけるGバンドとDバンドとのピーク強度比 $P I_G/P I_D$ ）が上記特定の範囲に制御されている。このような組成及び構造を有するD L

C膜を備えているため、上記拡管プラグは、少量の潤滑油でも拡管加工における拡管荷重を充分かつ確実に小さくすることができる。また、上記拡管プラグは、拡管加工における金属摩耗粉の凝着を充分かつ確実に抑制することができる。また、上記DLC膜は、耐久性に優れており、拡管プラグの耐久性を向上させることができる。

[0013] また、上記拡管プラグは、プラグ本体部とDLC膜との間に、上記特定成分からなる下地層を有している。該下地層の存在により、上記拡管プラグにおけるDLC膜の密着性が向上している。そのため、DLC膜がプラグ本体部から剥がれ難い。それ故、拡管プラグは、DLC膜が有する上述の性能を充分に発揮することができる。

[0014] また、上記金属管の拡管方法においては、上記特定のDLC膜及び下地層を有する上述の拡管プラグが用いられている。そのため、金属管と拡管プラグとの間に、温度40℃における動粘度が0.5～20cStである低粘度の潤滑油を少量用いても、拡管時における拡管荷重を充分かつ確実に小さくできると共に、金属摩耗粉の凝着を充分かつ確実に抑制することができる。

また、拡管プラグのDLC膜は耐久性にも優れているため、長期間安定して金属管の拡管を行うことが可能になる。

図面の簡単な説明

[0015] [図1]実施例における、金属管の拡管加工において金属管内に拡管プラグを挿入した状態を断面にて示す説明図。

[図2]実施例における、拡管プラグの表面近傍における断面構造を示す説明図。

[図3]実施例における、DLC膜の分析深さに対する水素と炭素の原子数割合のグラフの一例を示す説明図。

[図4]実施例における、DLC膜のラマンスペクトルの一例を示す説明図。

[図5]熱交換器の構成の一例を示す説明図。

発明を実施するための形態

[0016] 次に、上記拡管プラグ及び上記拡管方法の好ましい実施形態について説明する。

上記拡管プラグは、プラグ本体部と、該プラグ本体部の表面に形成された下地層と、該下地層上に形成されたDLC膜とを有する。

プラグ本体部の材質としては、例えば、超硬合金、SKD11（工具鋼）等を用いることができる。

拡管プラグは、表面に、金属管の径を大きくするための斜面又は曲面を有している。具体的には、拡管プラグは、金属管の内面との接触領域において、一般に、進行方向の先端側から後方に向けて外径が大きくなる領域を有する。より具体的には、拡管プラグは、例えば球形状、楕円球形、弾丸形状、多角錐形状、円錐形状、又は外形の少なくとも一部にテーパ領域を設けた円柱形状等により構成することができる。一般に、拡管プラグの最大径が拡管後の金属管の内径となる。したがって、拡管プラグの最大径は、金属管の内径に応じて適宜設定することができる。拡管プラグの最大径は、例えば3～12mmの範囲に設定することができる。プラグ本体部の形状も拡管プラグの形状と同様である。

[0017] また、上記下地層は、Si、Ti、Zr、V、Nb、Ta、Cr、Mo、Wから選ばれる1種または2種以上からなる。好ましくは、Si、Cr、Wから選ばれる1種又は2種以上からなることがよい。これらは工業的に入手が容易である。また、これらのうちSiは、DLC膜を構成するCと構造が似ている。そのため、少なくともSiを含む下地層はDLC膜との親和性が高い。その結果、下地層とDLC膜との密着性をより高めることができる。また、W及びCrは、プラグ本体を構成する上述の材質に含まれていることが多い。そのため、少なくともW又はCrを含有する下地層は、プラグ本体との親和性が高い。その結果、下地層とプラグ本体との密着性をより高めることができる。下地層は、イオン化蒸着法、イオンプレーティング法、スパッタ法等の物理蒸着法により形成することができる。また、下地層は、化学蒸着法により形成することもできる。

下地層の厚さは、例えば $0.5 \sim 5 \mu\text{m}$ である。

[0018] DLC膜とプラグ本体部との間に下地層があると、プラグ本体部とDLC膜との密着性がより向上する。DLC膜は、外力を受けると剥離し易いという傾向がある。しかし、上記のように、下地層があるとDLC膜にかかる応力が緩和され、DLC膜が剥離し難くなる。また、DLC膜と下地層との間には、両者の構成成分が互いに拡散した拡散部が存在していてもよい。この場合には、下地層とDLC膜との密着性がさらに向上する。DLC膜の剥離しやすさは、実施例において後述する臨界荷重により測定することができる。臨界荷重は 150 gf 以上であることが好ましく、 500 gf 以上であることがより好ましい。

[0019] また、DLC膜は、DLC処理により形成することができる。DLC処理には、大別して化学蒸着法（CVD法）と物理蒸着法（PVD法）の2種類が存在する。

これらのうちCVD法を用いると、厚みが均一なDLC膜を形成することができる。

[0020] また、PVD法としては、イオン化蒸着法、イオンプレーティング法、スパッタリング法等が挙げられる。PVD法によってDLC処理を行う場合には、原料として、炭化水素原料だけでなく固体炭素原料を用いることができる。そのため、DLC膜中の水素量が例えば $0 \sim 15 \text{ at}\%$ 程度になり、硬質なDLC膜の形成が可能になる。

[0021] 拡管プラグにおいては、DLC膜中の水素原子数の割合及び炭素原子数の割合をそれぞれ A_H （ $\text{at}\%$ ）及び A_C （ $\text{at}\%$ ）とすると、これらの比 A_H/A_C が平均で 0.03 以上かつ 0.15 以下である。

A_H/A_C が 0.03 未満の場合には、DLC膜中に含まれる水素が少なくなり、DLC膜中の炭素同士が sp^2 混成軌道や sp^3 混成軌道を形成し、炭素間の結合が強固になる。そのため、DLC膜の硬度が高くなり過ぎて、拡管加工時にDLC膜にかかる外力によりDLC膜が割れてしまうおそれがある。また、この場合には、拡管荷重が大きくなり、金属管と拡管プラグとの摩擦

が大きくなり金属摩耗粉が拡張プラグに凝着し易くなるおそれがある。 A_H/A_C は、好ましくは0.033以上がよく、より好ましくは0.035以上がよい。一方、 A_H/A_C が0.15を超える場合には、DLC膜中に含まれる水素が多くなる。そのため、DLC膜中の炭素と水素とが結合し、潤滑油が吸着できる炭素が少なくなる。それ故、潤滑油がDLC膜中の炭素原子に吸着し難くなる。その結果、DLC膜の表面で潤滑油が濡れ広がり難くなり、潤滑油を用いて拡張を行う際に局所的な油切れが起きやすくなる。また、この場合には、炭素同士の sp^2 混成軌道が不規則になりやすい。そのため、DLC膜の硬度が小さくなり、DLC膜が摩耗しやすくなる。その結果、拡張プラグの寿命が低下するおそれがある。さらに、 A_H/A_C が大きい場合には、炭素の対電子が少なくなる。そのため、例えば油性剤を含有する潤滑油を用いても、油性剤がDLC膜に吸着しにくくなる。それ故、例えば潤滑油に油性剤を添加したとしても油性剤の効果が小さくなる。 A_H/A_C は、好ましくは0.08以下がよく、より好ましくは0.05以下がよい。

[0022] DLC膜の A_H/A_C は、DLC膜の製造条件を調整することにより制御することができる。即ち、例えば原料ガスの組成、成膜時のバイアス電圧、蒸着方法等を調整することにより、 A_H/A_C を制御することができる。

具体的には、原料ガスである例えば炭化水素の水素含有量を増やすと、 A_H/A_C を大きくすることができる。例えば、メタンを用いた場合には、アセチレンを用いた場合よりも A_H/A_C を大きくすることができる。また、原料として例えば黒鉛を用いると、 A_H/A_C を小さくすることができる。

また、成膜時のバイアス電圧を高くするほど A_H/A_C を小さくすることができる。

また、上述のPVD法は、成膜原料として固体の炭素を使うことができる。そのため、PVD法により得られるDLC膜は、CVD法により得られるDLC膜よりも A_H/A_C を小さくすることができる。

[0023] DLC膜中の水素原子数の割合 A_H (atm%) 及び炭素原子数の割合 A_C (atm%) は、DLC膜のグロー放電発光分光分析により測定することがで

きる。

グロー放電発光分光分析により測定された値に基づいた A_H/A_C が上述のごとく平均で 0.03 以上かつ 0.15 以下の DLC 膜を有する拡張プラグを用いることにより、拡張荷重の低下及び金属摩耗粉の凝着抑制がより確実に実現されうる。

[0024] また、DLC 膜のラマンスペクトルにおける G バンドのピーク強度及び D バンドのピーク強度をそれぞれ P_{I_G} 及び P_{I_D} とすると、これらの比 P_{I_G}/P_{I_D} が 3 未満である。

P_{I_G}/P_{I_D} が 3 以上の場合には、DLC 膜の硬度が高くなり過ぎて、加工条件によっては拡張加工時に DLC 膜が割れるおそれがある。また、この場合には、拡張荷重が大きくなり、金属管と拡張プラグとの摩擦が大きくなる。そのため、金属摩耗粉が拡張プラグに凝着し易くなるおそれがある。 P_{I_G}/P_{I_D} は、好ましくは 2.5 以下がよく、より好ましくは 2 以下がよい。また、 P_{I_G}/P_{I_D} が小さくなりすぎると、DLC 膜の硬度が低くなり、DLC 膜が摩耗しやすくなる。かかる観点から、 P_{I_G}/P_{I_D} は、1 以上が好ましく、1.5 以上がより好ましく、1.7 以上がさらに好ましい。

[0025] DLC 膜の P_{I_G}/P_{I_D} は、DLC 膜の製造条件を調整することにより制御することができる。即ち、例えば原料ガスの組成、成膜時のバイアス電圧、蒸着方法等を調整することにより、 P_{I_G}/P_{I_D} を制御することができる。

具体的には、DLC 膜の製造時に、例えば H 及び C 以外の第三成分元素（例えば Si 等）を含む物質を原料ガスに混合することにより、 P_{I_G}/P_{I_D} を大きくすることができる。また、成膜時のバイアス電圧を高くすると水素濃度が低くなるため、DLC 膜の密度が高くなる。その結果、 P_{I_G}/P_{I_D} を小さくすることができる。

DLC 膜の厚さは例えば 0.1 ~ 5 μm である。

[0026] 拡張プラグ用の DLC 膜としては、板状の基材上に形成した DLC 膜に 2 μm のイソパラフィン又は α -オレフィンをしてから上記イソパラフィン又は上記 α -オレフィンが直径 15 mm に広がるまでに要する時間が 80 秒以

内となる膜が採用されていることが好ましい。

即ち、この場合には、イソパラフィン又は α -オレフィンを主成分とする安価な潤滑油に対するDLC膜の濡れ広がり性が優れている。そのため、安価な潤滑油を少量用いて拡管加工を行っても拡管荷重を十分に低くし、金属摩耗粉の凝着を十分に抑制することができる。

[0027] 上記金属管としては、アルミニウム管、アルミニウム合金管、銅管等がある。

好ましくは、上記金属管は、アルミニウム管又はアルミニウム合金管であることがよい。

この場合には、拡管荷重を小さくし、金属摩耗粉の凝着を抑制し、耐久性に優れるという上記拡管プラグの優れた作用効果をより際立たせることができる。

即ち、一般に、アルミニウム管及びアルミニウム合金管は、摩擦係数が大きいの。そのため、拡管加工時に拡管荷重が大きくなり、潤滑油を使用しても、拡管プラグと金属管との摩擦が大きくなり、金属の摩耗粉が発生するおそれがある。上記拡管プラグを用いることにより、これらの問題を回避することができる。

[0028] 上記アルミニウム管、アルミニウム合金管としては、例えば、JIS H 4080（2006年）に規定されるA1070、A1050、A1100、A1200、A3003、A3203、A5052、A5056、A5083、A6061、A6063等のアルミニウム又はアルミニウム合金からなる管を用いることができる。

[0029] 上記金属管には、内面に直線状、螺旋状等の種々の凹凸が形成されていてもよい。この場合の金属管の内径は、凸部に内接する円の直径となる。

[0030] 上記拡管プラグは、温度40℃における動粘度が0.5～20cStである潤滑油を上記金属管の少なくとも内周面に存在させた状態で用いることができる。

潤滑油の動粘度が0.5cSt未満の場合には、潤滑性が不足するおそれ

がある。潤滑油の動粘度は、より好ましくは1 c S t以上がよい。一方、潤滑油の動粘度が20 c S tを超える場合には、拡管加工後に潤滑油の除去を行っても潤滑油を十分に除去することが困難になる。その結果、金属管内における残油量が増加するおそれがある。潤滑油の動粘度は、より好ましくは5 c S t以下がよく、さらに好ましくは4 c S t以下がよく、さらにより好ましくは3 c S t以下がよい。

[0031] 上記拡管プラグは、プレート状のフィン材に設けた貫通穴内に配置した冷媒配管用の上記金属管内に挿入するために用いられる。より具体的には、例えば次のようにして用いることができる。まず、プレート状のフィン材に設けた貫通穴内に、冷媒配管用の金属管が挿入される。次いで、金属管の内径よりも大きな外径を有する拡管プラグが金属管内に強制的に挿入される。これにより、金属管の外径が拡張され、貫通穴の内壁と金属管の外側面とが嵌合する。即ち、拡管プラグは、例えば冷媒配管用の金属管とフィン材との嵌合に用いられえ。この場合には、例えば、図5に示すように、金属管2とフィン材4とを嵌合して、熱交換器5を作製することができる。また、少ない潤滑油量で、金属管2の拡管が可能になり、低コストでの拡管が可能になる。また、拡管加工後の金属管2内の残留油が減少する。これにより、熱交換器5における高信頼性及び低コスト化の要求に応えることができる。

[0032] 上記金属管の拡管方法においては、上記金属管と上記拡管プラグとの間に、上述のように温度40℃における動粘度が0.5～20 c S tである潤滑油を存在させた状態で上記金属管の拡管を行うことができる。温度40℃における潤滑油の動粘度は、10 c S t以下であることが好ましく、5 c S t以下であることがより好ましく、3 c S t以下であることがさらに好ましい。

具体的には、例えば鉱油系炭化水素、 α -オレフィン、イソパラフィン、ポリブテンから選ばれる1種以上を基油（主成分）として含有する潤滑油を用いることができる。また、上記基油には、必要に応じてさらに油性剤を添加することができる。油性剤の添加量は、例えば1～30 w t %である。な

お、 α -オレフィン、イソパラフィン、ポリブテンとしては、炭素数が10～18のものをを用いることができる。また、油性剤としては、例えば高級アルコール、合成エステル、脂肪酸、油脂から選ばれる1種以上を用いることができる。

潤滑油としては、上記動粘度範囲を満足すれば、入手可能な拡張加工用の潤滑油を用いることができる。より具体的には例えば特開2008-093713号公報に開示された潤滑油などを用いることができる。

[0033] 上記潤滑油の主成分は、イソパラフィン又は α -オレフィンであることが好ましい。

この場合には、潤滑油が安価になり、金属管の拡張コストを下げるができる。イソパラフィン及び α -オレフィンとしては、例えば炭素数10～18のものをを用いることができる。また、この場合には、上記拡張プラグの表面に形成されたDLC膜に対する上記潤滑油との濡れ広がり性が優れるため、潤滑油量のより一層の低減化を図ることができる。

実施例

[0034] (実施例1)

本例においては、拡張プラグ、及びこれを用いた金属管の拡張方法の実施例及び比較例について説明する。

図1に示すごとく、本例の拡張プラグ1は、金属管2内に強制的に挿入して金属管2の外径を拡張させるために用いられる。拡張プラグ1の外径D（最大径）は、金属管2の内径dよりも大きくなっている。図2に示すごとく、拡張プラグ1は、プラグ本体部10と、その表面に被覆された下地層11と、その上に被覆されたDLC膜12とを有する。また、本例においては、下地層を有さず、プラグ本体部の表面に直接被覆されたDLC膜を有する比較用の拡張プラグも用いる（図示略）。

[0035] 本例においては、プラグ本体部10は弾丸形状であり、図1に示すごとく拡張プラグ1も弾丸形状である。拡張プラグ1には、これを金属管2内に侵入させるために拡張プラグ1から延設された拡張プラグ1よりも小径の軸部

19が設けられている。軸部19は、拡管プラグ1にロウ付けされている。

[0036] 本例においては、拡管プラグ1として6種類の拡管プラグ（試料P1～P6）を準備した（後述の表1参照）。これらの拡管プラグ1のプラグ本体部10はいずれも超硬合金からなる。超硬合金は、タングステンカーバイドとコバルトとを含有する。

また、試料P1、P2、P4、P5、及びP6においては、プラグ本体部10の外周表面に、下地層11が被覆されており、この下地層11上にDLC膜12が被覆されている（図2参照）。各試料について、下地層を構成する成分を後述の表1に示す。一方、試料P3においては、下地層がなく、プラグ本体部の外周表面に直接DLC膜が被覆されている（図示略）。

[0037] 各試料の拡管プラグについて、 A_H/A_C 及び PI_G/PI_D を次のようにして算出した。

< A_H/A_C の算出>

A_H/A_C は、グロー放電発光分光分析（GDOES分析）により測定した。

各試料のDLC膜について、グロー放電発光分析装置（RIGAKU社製の「GDA750」）を用いて、DLC膜の深さ方向に分析を行った。分析条件は、電力：25W、アルゴンガス圧：3.5hPa、アノード径：2.5mmφ、サンプリングレート：5msとした。スパッタリングレートが一定であると仮定して、分析終了後の到達深さの実測値と分析時間から、分析深さに対する水素（H）と炭素（C）の原子数割合のグラフを作成した。その一例として、試料P3の結果を図3に示す。

分析結果から炭素原子数割合の最大値（ A_{Cmax} ）及び最小値（ A_{Cmin} ）の平均値を算出し、この平均値を炭素の半減値（ A_{Chalf} ）とした（図3参照）。炭素の半減値（ A_{Chalf} ）を与えるまでの深さを、DLC膜の厚さ（T）とした。また、深さ方向における測定点ごとに、水素原子数の割合及び炭素原子数の割合から下記の式（1）にて A_H/A_C を算出し、DLC膜中の A_H/A_C の平均値を求めた。各試料におけるDLC膜の A_H/A_C の平均値を後述の表1に示す。

$A_H/A_C = \text{DLC膜中の水素原子数の割合} / \text{DLC膜中の炭素原子数の割合}$
 ・ ・ ・ 式 (1)

[0038] < $P I_G / P I_D$ の算出 >

$P I_G / P I_D$ の算出は、ラマン分光分析法により行う。

まず、ラマン分光測定装置（日本電子株式会社製の「NRS-1000」）を用いて、DLC膜のラマンスペクトルを得た。励起光源としては、波長 534 nm の緑色レーザーを用いた。その一例として、試料 P3 の DLC 膜のラマンスペクトル 3 を図 4 に示す。同図において、横軸は波数 (cm^{-1}) を示し、縦軸は強度を示す。

得られたラマンスペクトルから、Gバンド 31 のピーク $P I_G$ 及び Dバンド 32 のピーク $P I_D$ を分離した（図 4 参照）。各ピークの分離は、株式会社ライトストーン製の分析ソフトウェア「Origin 8.6」を用いて、ピーク数：2、ピーク関数：ガウス関数という条件にて行った。また、Gバンド 31 及び Dバンド 32 のピーク強度は、ピーク分離により得られた各ピークのベースラインを 0 とし、Gバンド 31 のピークトップまでの高さを Gバンドのピーク強度 $P I_G$ とし、Dバンド 32 のピークトップまでの高さを Dバンドのピーク強度 $P I_D$ とした。そして、これらの比を式 (2) から算出した。各試料の DLC 膜の $P I_G / P I_D$ の値を後述の表 1 に示す。

$P I_G / P I_D = \text{G-band のピーク強度 } P I_G / \text{D-band のピーク強度 } P I_D$ ・ ・ ・ 式 (2)

[0039] また、各試料の拡管プラグに形成した DLC 膜について、下記のようにして濡れ広がり性の評価を行った。

< 濡れ広がり性 >

各試料の DLC 膜と同条件で平板上に成膜した DLC 膜を準備した。この平板上に形成した DLC 膜は、各試料の DLC 膜と同じ組成及び構造を有するものである。次いで、平板上に形成した DLC 膜上に、シリンジを用いてイソパラフィン（JX 日鉱日石エネルギー株式会社製の「アイゾール 400」）を $2 \mu\text{l}$ 滴下した。滴下は、シリンジの先端を DLC 膜上に接地して行

った。そして滴下直後からイソパラフィンがDLC膜上で直径が15mmに広がるまでの時間(s)を測定し、これを濡れ広がり性の評価結果とした。その結果を後述の表1に示す。

なお、DLC膜上においてイソパラフィンは円が均等にその直径を拡大するように広がっていくため、滴下点から7.5mm離れた位置に滴下点を挟んで対向する2本の線を引き、両方の線に到達するまでの時間(s)を計測することにより、濡れ広がり性の評価を簡便に行うことができる。

[0040] また、各試料の拡張プラグに形成したDLC膜について、下記のようにして臨界荷重を測定した。

<臨界荷重>

臨界荷重は、スクラッチ試験により測定した。

スクラッチ試験は、ヘイドン摩擦試験機（新東科学株式会社製の「HHS-2000」）を用いて行った。具体的には、表面を鏡面に研磨した超硬平板上に成膜したDLC膜上にダイヤモンド圧子を載せ、0～1000gfの範囲で連続的にDLC膜にかかる荷重を増加させながらダイヤモンド圧子を各試料のDLC膜上で摺動させた。このとき、摺動痕を観察し、各試料の超硬の露出が始まったときの荷重を測定し、これを臨界荷重(gf)とした。その結果を表1に示す。

[0041] [表1]

(表1)

試料No.	P1	P2	P3	P4	P5	P6
A_H/A_C	0.167	0.037	0.059	0.018	0.085	0.044
PI_G/PI_D	2.52	1.89	2.30	3.11	3.01	1.75
濡れ広がり性(s)	430	79	69	130	89	75
下地層の構成成分	Si	Cr, Si	なし	Cr	Si	W
臨界荷重(gf)	320	520	140	150	330	530

[0042] 次に、表1に示す各試料P1～P6の拡張プラグをそれぞれ用いて、金属管の拡張加工を行い、拡張荷重を測定すると共に、拡張プラグへの金属摩耗

粉の凝着量を測定した。

本例においては、最大径 ϕ 6 mmの拡管プラグ（試料P 1～P 6）を用いて、外径7. 0 mm、内面ストレート溝付のJ I S A 3 0 0 3のアルミニウム合金管（アルミニウム管）を作製する。アルミニウム管は、溝深さ（フィン高さ）が3 0 0 μ m、底肉厚（溝底から外周面までの肉厚）が4 7 5 μ m、条数が3 6 条である。

具体的には、図1に示すごとく、アルミニウム管2の軸方向に伸びる複数のストレート溝（図示略）が内面2 1に形成されたアルミニウム管2をその軸方向が鉛直方向になるように固定した。そして、潤滑油を鉛直方向の上方から下方へ向けて供給し、アルミニウム管2の内面2 1に潤滑油を供給した。潤滑油の組成を表2に示す。

次いで、アルミニウム管2内に拡管プラグ1（試料P 1～P 6）を挿入し、軸部1 9に所定の荷重をかけて拡管プラグ1を鉛直方向の上方から下方へ軸方向に進行させて、アルミニウム管2の拡管加工を行った。アルミニウム管2内における拡管プラグ1の移動速度（拡管速度）は、5 0 mm／minとした。本例においては、上記の表1に示す5種類の拡管プラグ（試料P 1～P 6）と、下記の表2に示す3種類の潤滑油（試料L 1～試料L 3）とを組み合わせ、後述の表3に示す7種類の拡管加工（試験例1～試験例8）を行った。

[0043] [表2]

（表2）

試料No.	L1	L2	L3
主成分	イソパラフィン: 86mass% α -オレフィン: 14mass%	α -オレフィン: 100mass%	イソパラフィン: 90mass%
油性剤	—	—	ラウリルアルコール: 10mass%
40°Cにおける 動粘度(cSt)	2.5	2.5	2.9

[0044] <拡管荷重>

拡管荷重の評価においては、1 m l の潤滑油を用いて上述の拡管加工（試験1～試験8）を行った。そして、拡管加工中にアルミニウム管内における拡管プラグの移動距離が50～100 mmであるときに、拡管に必要な平均荷重を測定し、これを拡管荷重（kgf）とした。その結果を表3に示す。

[0045] <摩耗粉の凝着量>

拡管荷重と同様の条件で、アルミニウム管の拡管加工を行った。そして、アルミニウム管を100 mm拡管したときにおける、拡管プラグに凝着したアルミニウム摩耗粉の量を測定した。具体的には、拡管プラグの凝着物をマイクロスコップで50倍に拡大し、画像解析ソフト（株式会社ニレコ製の「LUZEX__AP ver 1.43」）を用いて、摩耗粉の凝着面積（mm²）を測定し、この凝着面積を摩耗粉の凝着量（mm²）とした。その結果を表3に示す。

[0046] また、各試料P1～P6の拡管プラグに形成したDLC膜について、下記のようにして摩耗性を評価した。

<摩耗性>

DLC膜の摩耗性は、ピンオンディスク試験により評価した。

まず、表面を鏡面研磨した超硬ディスク上に、上述の各試料P1～P6のDLC膜とそれぞれ同条件でDLC膜を成膜した。ディスク上に形成したDLC膜は、上述の各試料のDLC膜と同じ組成及び構造を有するものである。

次いで、ピンオンディスク試験用のピンとして、直径φ5×長さ10 mmのA3003製のアルミピンを3本準備し、その片側の先端をR2.5の曲面とした。ピンの曲面側をディスク上に形成したDLC膜に当接し、潤滑油（試料L1～L3）を供給しながらディスクを回転させてDLC膜上でピンオンディスク試験装置のピンを摺動させた。このとき、ディスクの回転数を250 rpm、回転半径（ディスクの中心からピンの中心までの距離）を22.5 mmとし、摺動時間を100分とした。

このようにして、各試料のDLC膜について、ピンオンディスク試験を行

った。１００分間の摺動中に急激に摩擦係数が上昇した試料（ディスク）については、摩擦係数の上昇時に摺動を停止し、試料の表面を光学顕微鏡にて観察し、ＤＬＣ膜の摩耗の有無を確認した。摩擦係数が上昇した試料は、いずれもＤＬＣ膜の摩耗が観察されたため、摩擦係数が上昇したときの時間を摩耗性の評価時間（min）とした。また、１００分間の摺動中に摩擦係数が上昇しなかった試料については、１００分間の摺動後に試料の表面を光学顕微鏡にて観察し、ＤＬＣ膜の摩耗の有無を確認した。摩擦係数が上昇しなかった試料は、いずれもＤＬＣ膜の摩耗が観察されなかったため、摩耗性が良好であると判断し、摩耗性の評価結果を「＞１００（min）」とした。その結果を後述の表３に示す。

[0047] [表3]

(表3)

試験例No.	試験例1	試験例2	試験例3	試験例4	試験例5	試験例6	試験例7	試験例8
拡張プラグの種類	P1	P2	P3	P4	P5	P2	P2	P6
潤滑油の種類	L1	L1	L1	L1	L1	L2	L3	L3
拡張荷重(kgf)	35	39	51	58	71	38	39	42
摩耗粉の凝着量(mm ²)	0.7	2.5	2.2	9.0	22.0	2.5	2.5	2.8
摩耗性(min)	35	>100	8	8	>100	>100	>100	>100

P1～P6については表1参照

L1～L3については表2参照

[0048] 表１～表３より知られるごとく、下地層を有し、その上に A_H/A_C が平均で０．０３以上かつ０．１５以下であり、 PI_G/PI_D が３未満であるＤＬＣ膜が形成された拡張プラグ（試料Ｐ２、試料Ｐ６）を用いると、少量の潤滑油でも拡張荷重を充分かつ確実に小さくできると共に、金属摩耗粉の凝着を充分かつ確実に抑制することができる（試験例２、試験例６、試験例７、及び試験例８参照）。また、上記特定のＤＬＣ膜は耐摩耗性に優れて

いるため、このようなDLC膜が形成された拡張プラグ（試料P2、試料P6）は、耐久性に優れる。なお、試料P2及び試料P6が実施例にかかる拡張プラグであり、その他の試料は比較例にかかる拡張プラグである。また、試験例2、試験例6、試験例7、及び試験例8が実施例にかかる拡張方法であり、その他の試験例は比較例にかかる拡張方法である。

請求の範囲

- [請求項1] 金属管内に該金属管の内径よりも大きな外径を有する拡張プラグを強制的に挿入して上記金属管の外径を拡張させるために用いられる拡張プラグであって、
- 該拡張プラグは、プラグ本体部と、該プラグ本体部の表面に被覆された下地層と、該下地層上に被覆されたダイヤモンドライクカーボン膜とを有し、
- 上記下地層は、S i、T i、Z r、V、N b、T a、C r、M o、Wから選ばれる1種または2種以上からなり、
- 上記ダイヤモンドライクカーボン膜中の水素原子数の割合 A_H (a t m%)と炭素原子数の割合 A_C (a t m%)との比 A_H/A_C が、平均で0.03以上かつ0.15以下であり、
- 上記ダイヤモンドライクカーボン膜のラマンスペクトルにおけるGバンドのピーク強度 $P I_G$ とDバンドのピーク強度 $P I_D$ との比 $P I_G/P I_D$ が3未満であることを特徴とする拡張プラグ。
- [請求項2] 上記ダイヤモンドライクカーボン膜中の上記水素原子数の割合及び上記炭素原子数の割合は、上記ダイヤモンドライクカーボン膜のグロー放電発光分光分析により測定された値であることを特徴とする請求項1に記載の拡張プラグ。
- [請求項3] 板状の基材上に形成したダイヤモンドライクカーボン膜に、 $2\mu l$ のイソパラフィン又は α -オレフィンを滴下してから上記イソパラフィン又は上記 α -オレフィンが直径15mmに広がるまでに要する時間が80秒以内となる膜が上記拡張プラグ用の上記ダイヤモンドライクカーボン膜として用いられていることを特徴とする請求項1又は2に記載の拡張プラグ。
- [請求項4] 上記金属管は、アルミニウム管又はアルミニウム合金管であることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の拡張プラグ。
- [請求項5] 温度40℃における動粘度が0.5～20cStである潤滑油を上

記金属管の少なくとも内周面に存在させた状態で用いられることを特徴とする請求項 1 ～ 4 のいずれか 1 項に記載の拡管プラグ。

[請求項6] プレート状のフィン材に設けた貫通穴内に配置した冷媒配管用の上記金属管内に挿入するために用いられることを特徴とする請求項 1 ～ 5 のいずれか 1 項に記載の拡管プラグ。

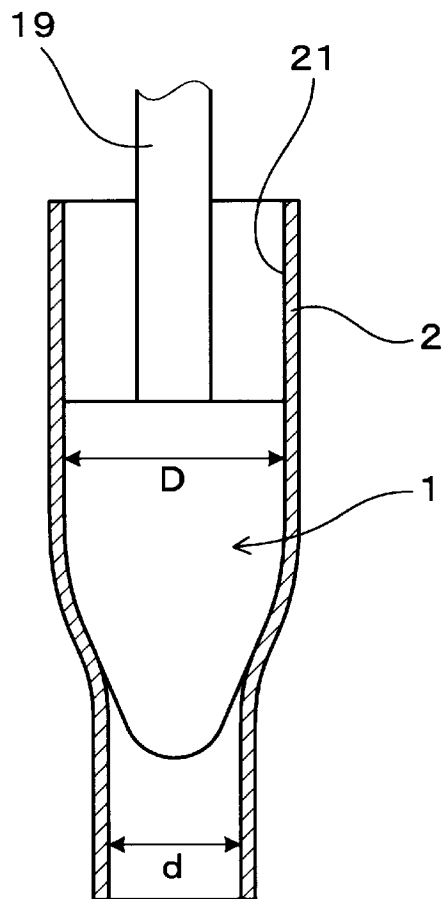
[請求項7] 金属管内に請求項 1 ～ 6 のいずれか 1 項に記載の拡管プラグを強制的に挿入して上記金属管の外径を拡張させる金属管の拡管方法であって、

 上記金属管と上記拡管プラグとの間に、温度 40℃における動粘度が 0.5 ～ 20 cSt である潤滑油を存在させた状態で上記金属管の拡管を行うことを特徴とする金属管の拡管方法。

[請求項8] 上記潤滑油の主成分は、イソパラフィン又は α -オレフィンであることを特徴とする請求項 7 に記載の金属管の拡管方法。

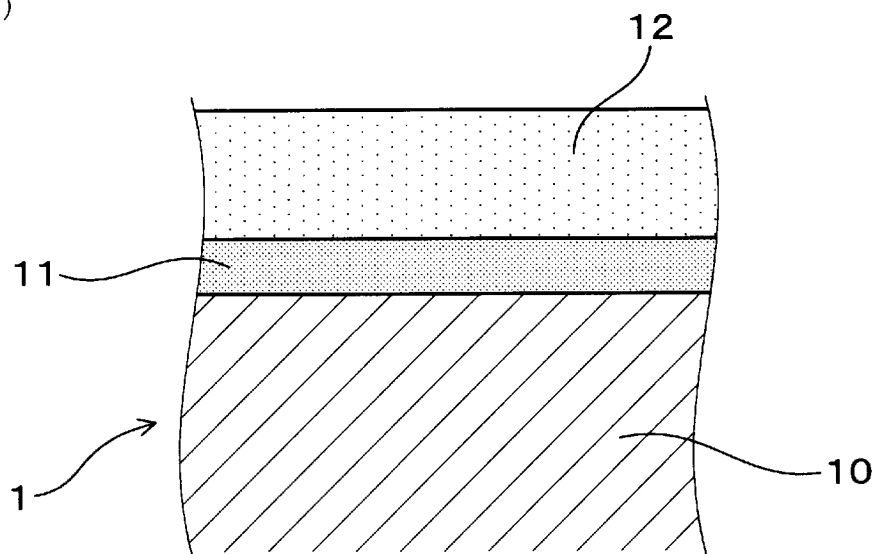
[図1]

(図 1)



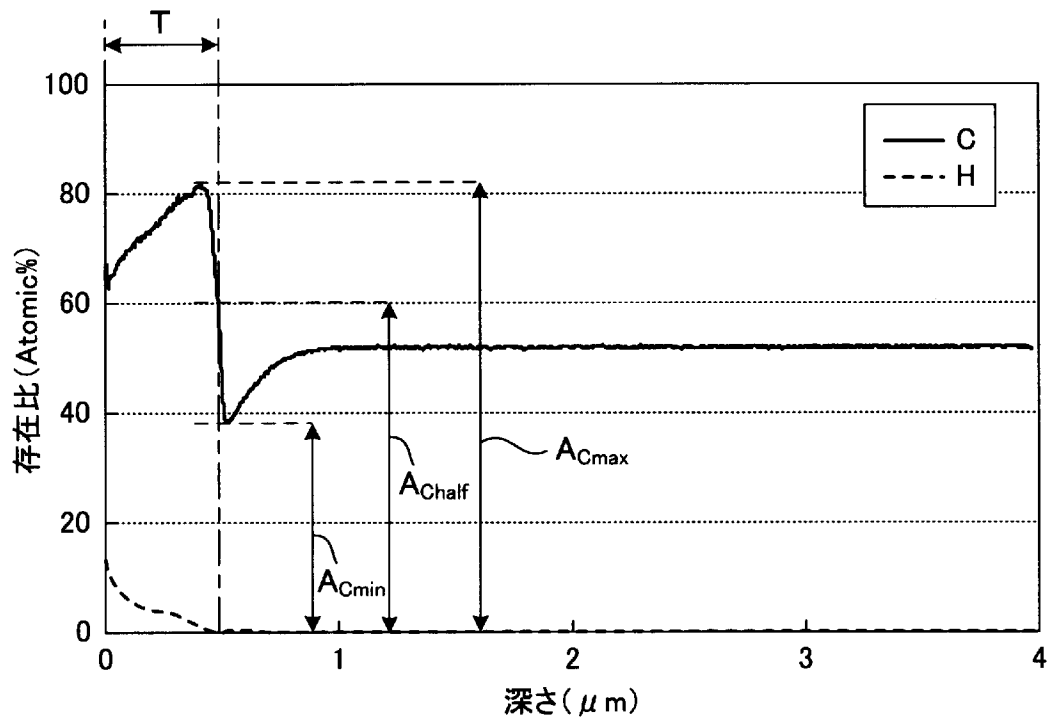
[図2]

(図 2)



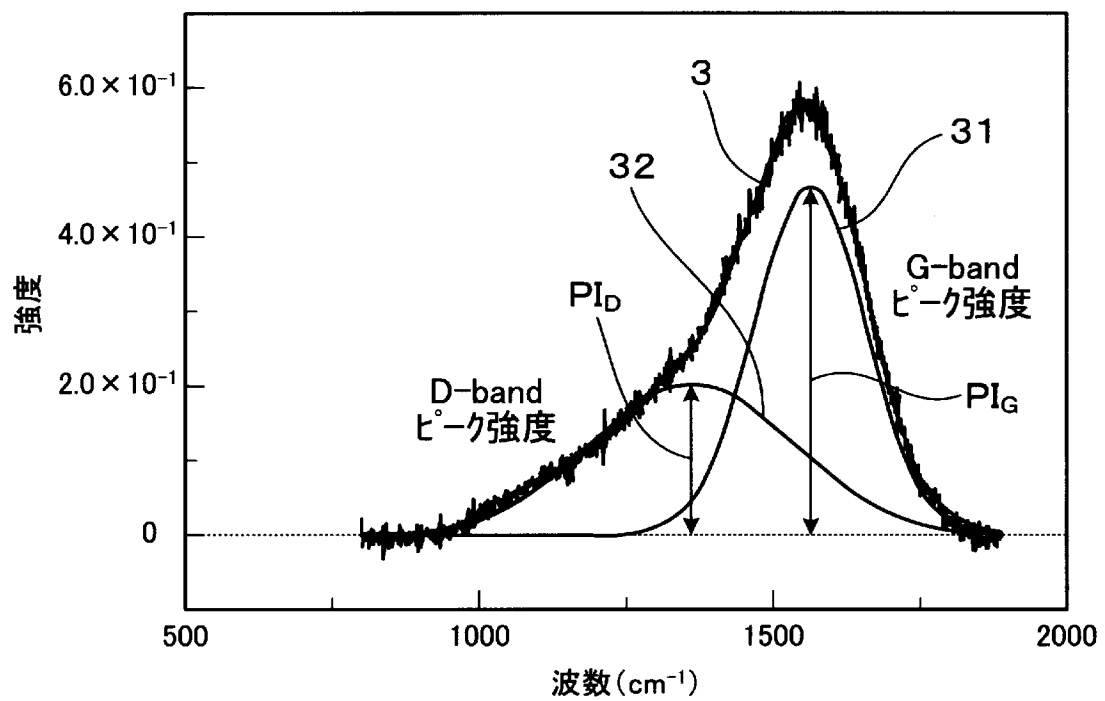
[図3]

(図3)



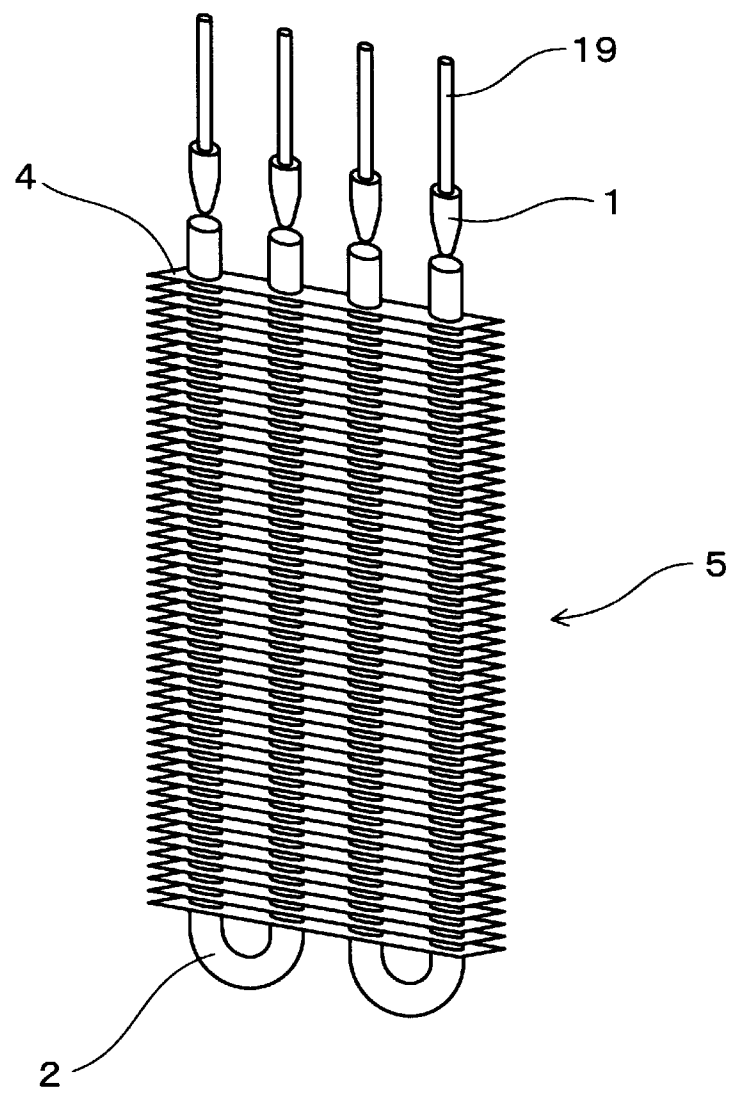
[図4]

(図4)



[図5]

(図 5)



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/081009

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B21D39/20(2006.01)i, B21D37/18(2006.01)i, C10M105/04(2006.01)i,
C10M107/02(2006.01)i, B21D53/08(2006.01)n

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)

B21D39/20, B21D37/18, C10M105/04, C10M107/02, B21D53/08

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 1996-2014
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2014 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2014

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	JP 2008-093713 A (Sumitomo Light Metal Industries, Ltd.), 24 April 2008 (24.04.2008), claims 1 to 3, 7, 12; paragraphs [0019] to [0033]; fig. 1 to 2 (Family: none)	1-8
Y	JP 2009-241252 A (National University Corporation Toyohashi University of Technology), 22 October 2009 (22.10.2009), claims 1, 9; paragraphs [0001] to [0002], [0009], [0022] to [0024]; table 2 & JP 2009-6470 A & WO 2008/149824 A1	1-8

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ 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 January, 2014 (24.01.14)

Date of mailing of the international search report
04 February, 2014 (04.02.14)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C）） Int.Cl. B21D39/20(2006.01)i, B21D37/18(2006.01)i, C10M105/04(2006.01)i, C10M107/02(2006.01)i, B21D53/08(2006.01)n											
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（I P C）） Int.Cl. B21D39/20, B21D37/18, C10M105/04, C10M107/02, B21D53/08											
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>1 9 2 2－1 9 9 6 年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1 9 7 1－2 0 1 4 年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1 9 9 6－2 0 1 4 年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1 9 9 4－2 0 1 4 年</td> </tr> </table>				日本国実用新案公報	1 9 2 2－1 9 9 6 年	日本国公開実用新案公報	1 9 7 1－2 0 1 4 年	日本国実用新案登録公報	1 9 9 6－2 0 1 4 年	日本国登録実用新案公報	1 9 9 4－2 0 1 4 年
日本国実用新案公報	1 9 2 2－1 9 9 6 年										
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1－2 0 1 4 年										
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6－2 0 1 4 年										
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4－2 0 1 4 年										
国際調査で使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	JP 2008-093713 A（住友軽金属工業株式会社）2008.04.24, 【請求項1】－【請求項3】, 【請求項7】, 【請求項12】, 【0019】－【0033】, 【図1】－【図2】（ファミリーなし）	1-8									
Y	JP 2009-241252 A（国立大学法人豊橋技術科学大学）2009.10.22, 【請求項1】, 【請求項9】, 【0001】－【0002】, 【0009】, 【0022】－【0024】, 【表2】 & JP 2009-6470 A & WO 2008/149824 A1	1-8									
☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☐ 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 2 4 . 0 1 . 2 0 1 4		国際調査報告の発送日 0 4 . 0 2 . 2 0 1 4									
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（I S A / 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） 八木 敬太 電話番号 03-3581-1101 内線 3364	3 P 4 6 5 2								