

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2012-158793

(P2012-158793A)

(43) 公開日 平成24年8月23日 (2012. 8. 23)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 2 3 C 14/06 (2006. 01)	C 2 3 C 14/06	3 C 0 4 6
B 2 3 B 27/14 (2006. 01)	B 2 3 B 27/14	4 K 0 2 9

審査請求 有 請求項の数 5 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2011-18547 (P2011-18547)
 (22) 出願日 平成23年1月31日 (2011. 1. 31)

特許法第30条第1項適用申請有り [発行者名] 社
 団法人表面技術協会 [刊行物名] 表面技術協会第1
 22回講演大会 講演要旨集 [発行年月日] 平成2
 2年 8月20日

(出願人による申告) 平成21年度、経済産業省、平成
 21年度戦略的基盤技術高度化支援事業「表面改質技術
 による金型の高寿命化」に係る委託研究、産業技術力強
 化法第19条の適用を受ける特許出願

(71) 出願人 307016180
 地方独立行政法人鳥取県産業技術センター
 鳥取県鳥取市若葉台南七丁目1番1号
 (74) 代理人 100080182
 弁理士 渡辺 三彦
 (72) 発明者 今岡 睦明
 鳥取県米子市日下1247 地方独立行政
 法人鳥取県産業技術センター 機械素材研
 究所内
 (72) 発明者 野嶋 賢吾
 鳥取県米子市日下1247 地方独立行政
 法人鳥取県産業技術センター 機械素材研
 究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 成膜方法及び硬質被膜被覆部材

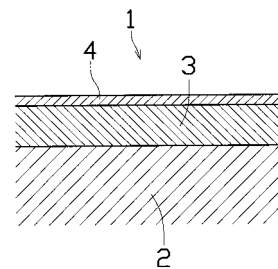
(57) 【要約】

【課題】 基材と最表面層に被膜される炭化バナジウム (V C) 膜との間に中間層としてバナジウム系金属とは異なる異種金属である T i の窒化物膜又は炭窒化物膜を形成することにより、耐摩耗性に優れた硬度及び十分な密着性を得ることができる成膜方法及び耐摩耗性部材を提供する。

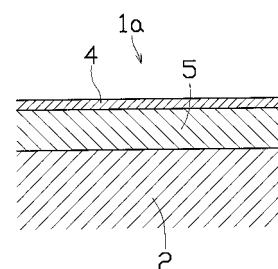
【解決手段】 V C 膜をイオンプレーティング法によっ
 て基材に成膜するための成膜方法であって、前記基材の
 表面に T i N 膜又は T i C N 膜を中間層として成膜し、
 前記基材に前記中間層を介して前記 V C 膜を最表面層と
 して成膜する。

【選択図】 図 1

(a)



(b)



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

VC 膜をイオンプレーティング法によって基材に成膜するための成膜方法であって、前記基材の表面にTiN 膜又はTiCN 膜を中間層として成膜し、前記基材に前記中間層を介して前記VC 膜を最表面層として成膜することを特徴とする成膜方法。

【請求項 2】

前記VC 膜と前記TiN 膜の膜厚比は、 $VC 膜 / TiN 膜 = 0.6 / 0.4 \sim 0.1 / 0.9$ であることを特徴とする請求項 1 記載の成膜方法。

【請求項 3】

前記VC 膜と前記TiCN 膜の膜厚比は、 $VC 膜 / TiCN 膜 = 0.3 / 0.7 \sim 0.1 / 0.9$ であることを特徴とする請求項 1 記載の成膜方法。 10

【請求項 4】

前記VC 膜と前記TiN 膜の合計膜厚又は前記VC 膜と前記TiCN 膜の合計膜厚は、 $2 \sim 10 \mu m$ であることを特徴とする請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の成膜方法。

【請求項 5】

請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の成膜方法によって、前記基材の表面に中間層としてTiN 膜又はTiCN 膜が形成され、前記中間層を介して最表面層として前記VC 膜が形成されていることを特徴とする硬質被膜被覆部材。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

20

【0001】

本発明は、炭化バナジウム（VC）膜を基材に成膜するための成膜方法及びVC 膜が最表面層に形成された硬質被膜被覆部材に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、プレス成形用金型や切削工具等は、耐摩耗性等を維持するために、硬質被膜処理が行われている。このような硬質被膜処理には、例えば、硬度が高い（ビッカース硬度HV2500 以上）炭化バナジウム（VC）膜が従来から利用されている。また、基材の表面に硬質被膜を形成する方法としては、化学的蒸着（CVD）法、熱反応析出拡散法（TRD）法、イオンプレーティング（PVD）法等が知られている（例えば、特許文献 1 参照）。 30

【0003】

CVD 法による被膜処理では、1000 程度の温度でコーティング処理する必要がある。しかしながら、寸法精度が要求される金型等では、寸法変形を抑えるために焼戻し温度（500 程度）以下での処理が必要となる。そのため、CVD 法によって被膜処理を行った場合には、コーティング処理時に基材の歪みや熱変形が生じるので金型等の寸法精度が要求される基材に対しては、CVD 法を適用することは好ましくない。また、TRD 法による被膜処理でも、浴温を800 ～ 1200 程度にする必要があるため、金型等の寸法精度が要求される基材に対しては好ましくない。

【0004】

40

一方、PVD 法によって被膜処理を行った場合には、焼戻し温度（500 程度）以下でもコーティング処理することができるので、基材の歪みや熱変形を抑えることができる。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献 1】特開昭 49 - 118637 号

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

50

しかしながら、PVD法による被膜処理では、CVD等の他の被膜方法と比べて基材との十分な密着性を得ることができない。また、VC膜をPVD法により基材に被膜した場合には、高い内部応力によって容易に剥離してしまうという問題がある。

【0007】

本発明は、上記のような課題に鑑みてなされたものであって、基材と最表面層に被膜される炭化バナジウム(VC)膜との間に中間層としてバナジウム系金属とは異なる異種金属であるTiの窒化物膜又は炭窒化物膜を形成することにより、耐摩耗性に優れた硬度及び十分な密着性を得ることができる成膜方法及び耐摩耗性部材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】

10

【0008】

上記目的を達成するために、請求項1記載の成膜方法は、VC膜をイオンプレーティング法によって基材に成膜するための成膜方法であって、前記基材の表面にTiN膜又はTiCN膜を中間層として成膜し、前記基材に前記中間層を介して前記VC膜を最表面層として成膜することを特徴としている。

【0009】

請求項2記載の成膜方法は、前記VC膜と前記TiN膜の膜厚比が、VC膜/TiN膜 = 0.6/0.4 ~ 0.1/0.9であることを特徴としている。

【0010】

請求項3記載の成膜方法は、前記VC膜と前記TiCN膜の膜厚比が、VC膜/TiCN膜 = 0.3/0.7 ~ 0.1/0.9であることを特徴としている。

20

【0011】

請求項4記載の成膜方法は、前記VC膜と前記TiN膜の合計膜厚又は前記VC膜と前記TiCN膜の合計膜厚が、2 ~ 10 μmであることを特徴としている。

【0012】

請求項5記載の硬質被膜被覆部材は、請求項1 ~ 4のいずれかに記載の成膜方法によって、前記基材の表面に中間層としてTiN膜又はTiCN膜が形成され、前記中間層を介して最表面層として前記VC膜が形成されていることを特徴としている。

【発明の効果】

【0013】

30

本発明によれば、基材とVC膜との間に中間層としてTiN膜又はTiCN膜を介在させることにより、優れた密着性を得ることができるので、VC膜を剥離し難くすることができる。また、最表面層には硬度が高いVC膜が成膜されるので、耐摩耗性を向上させることができる。

【0014】

また、本発明によれば、最表面層のVC膜と中間層のTiN膜の膜厚比をVC膜/TiN膜 = 0.6/0.4 ~ 0.1/0.9、又は最表面層のVC膜と中間層のTiCN膜の膜厚比をVC膜/TiCN膜 = 0.3/0.7 ~ 0.1/0.9にすることで、より優れた密着性を得ることができる。

【0015】

40

また、本発明によれば、VC膜とTiN膜の合計膜厚又はVC膜とTiCN膜の合計膜厚を2 ~ 10 μmにすることにより、内部応力が高いVC膜の膜厚が大きくなり過ぎて剥離し易くなることを抑制するとともに、実用的な耐摩耗性を確保することができる。

【図面の簡単な説明】

【0016】

【図1】本発明の実施形態に係る硬質被膜被覆部材の一例を示す部分断面図である。

【図2】各単膜層の基材に対する密着性を示すグラフである。

【図3】本発明に使用するイオンプレーティング装置の一例を示す概略模式図である。

【図4】本発明に係る硬質被膜被覆部材の密着性を示すグラフである。

【発明を実施するための形態】

50

【 0 0 1 7 】

以下、本発明に係る硬質被膜被覆部材及びその成膜方法の実施形態について、図面を参照しつつ説明する。

【 0 0 1 8 】

図 1 は、本発明に係る硬質被膜被覆部材 1、1 a の部分断面図を示している。図 1 (a) に示すように、硬質被膜被覆部材 1 は、基材 2 の表面に窒化チタン (T i N) 膜 3 が中間層として形成され、該 T i N 膜 3 を介して最表面層として炭化バナジウム (V C) 膜 4 が形成されているものである。また、硬質被膜被覆部材 1 a は、図 1 (b) に示すように基材 2 の表面に中間層として炭窒化チタン (T i C N) 膜 5 が形成され、該 T i C N 膜 5 を介して最表面層として V C 膜 4 が形成されているものである。

10

【 0 0 1 9 】

硬質被膜被覆部材 1、1 a は、例えば、寸法精度が要求される金型等として適用されるものであり、金型等の母材となる基材 2 には、機械的衝撃や熱衝撃を考慮して主に強靱鋼材が用いられる。鋼材としては、例えば、S K H 5 1 等の高速度工具鋼、S K D 1 1、S K D 6 1 等のダイス鋼等の工具鋼や超硬合金等が用途に応じて用いられる。

【 0 0 2 0 】

図 2 は、各単膜層 V C、V N、T i N、T i C N の基材 2 に対する密着性を定量的に評価した結果を示すものである。この図 2 では、材質を高速度工具鋼 S K H 5 1 とし、形状が $\phi 25\text{ mm} \times 20\text{ mm}$ 、H R C 6 4 に調質した鏡面仕上げ面を有するものを基材 2 として用いて、この基材 2 にイオンプレーティング装置 (株式会社不二越製 S S - 2 - 8 S P) を使用して、各単膜層をそれぞれ成膜させた場合の密着性の結果を示している。ここでは、基材 2 に対する各単膜層の密着性を定量的に評価するために、スクラッチテスト (C S M 社製 R E V E T E S T) を用いて、スクラッチ試験を行い、各単膜層の臨界荷重 (L c) を求めている。また、表 1 には、基材 2 に成膜された各単膜層の膜厚及び表面硬度を示している。スクラッチ試験では、L c 値が高い値になるほど基材 2 との密着性は良く、図 2 に示すように T i N 膜 3 及び T i C N 膜 5 は、L c 値が 4 0 N 以上あり、それぞれ基材 2 との密着性に優れている。従って、硬質被膜被覆部材 1、1 a では、このような基材 2 との密着性が優れている T i N 膜 3 又は T i C N 膜 5 を中間層として用いている。

20

【 表 1 】

30

単膜層	膜厚 [μm]	表面硬度 [HV0.01]
VC	3.2	3100
VN	2.9	2400
TiN	3.8	2100
TiCN	4.1	2400

40

【 0 0 2 1 】

そして、このような基材 2 との密着性に優れた中間層を介して最表面層としてビッカース硬度 H V 2 5 0 0 以上の硬度に優れた V C 膜 4 を形成することにより、密着性及び耐摩耗性を向上させることができる。尚、H V は、J I S Z 2244 規格に基づいて測定されたビッカース硬さを表わすものである。

【 0 0 2 2 】

硬質被膜被覆部材 1 では、中間層である T i N 膜 3 と最表面層である V C 膜 4 との膜厚比は、V C 膜 4 / T i N 膜 3 = 0 . 6 / 0 . 4 ~ 0 . 1 / 0 . 9 となるように形成され、T i N 膜 3 と V C 膜 4 の合計膜厚が、2 ~ 1 0 μm の範囲内になるように形成されることが好ましい。また、硬質被膜被覆部材 1 a では、中間層である T i C N 膜 5 と最表面層で

50

あるV C膜4との膜厚比は、V C膜4 / T i C N膜5 = 0 . 3 / 0 . 7 ~ 0 . 1 / 0 . 9 となるように形成され、T i C N膜5とV C膜4の合計膜厚が、2 ~ 1 0 μ mの範囲内に形成されることが好ましい。

【0023】

このように、中間層であるT i N膜3又はT i C N膜5と最表面層であるV C膜4との膜厚比が上記のように形成されることにより、優れた密着性を得ることができる。また、V C膜4の膜厚が大きくなり過ぎると、内部応力が増大するため、V C膜4が剥離し易くなり、V C膜4の膜厚が小さ過ぎると、早期に下層が現れてしまうため、十分な耐摩耗性を確保することが難しくなる。そのため、硬質被膜被覆部材1、1 aでは、合計膜厚を上記のように2 ~ 1 0 μ mにすることにより、V C膜4が剥離することを抑制するとともに、十分な耐摩耗性を確保することができる。

10

【0024】

以下、本発明に係る硬質被膜被覆部材1、1 aを製造するための成膜方法について説明する。本発明に係る硬質被膜被覆部材1、1 aでは、基材2に中間層としてT i N膜3又はT i C N膜5、最表面層としてV C膜4を成膜するために例えば、図3に示すような熔融蒸発型イオンプレーティング装置6を用いる。このイオンプレーティング装置6は、内部で被覆処理を行うための炉7と、該炉7の外部に設けられる集束コイル8と、炉7内でプラズマ状態を生成するためのプラズマガン9と、被膜用原料(蒸発源)Xを設置するためのルツボ10と、プラズマとなった被膜用原料を被覆させる基材2を保持する基材保持部11とを備えている。また、炉7には、図示しないが、内部を所定真空度に維持するために排気ポンプに接続される排気口、窒素(N₂)及び/又はアセチレンガス(C₂H₂)といった反応ガスを導入するための反応ガス導入口、及び炉7内の温度を所定温度に維持するための温度調節手段等が設けられている。

20

【0025】

硬質被膜被覆部材1を製造する場合には、まず基材2及び蒸発源となるチタン(Ti)をそれぞれ基材保持部11及びルツボ10に設置する。そして、炉7内を排気ポンプを用いて適切な真空度(通常、成膜時は0 . 7 ~ 1 . 0 × 1 0⁻¹ Pa)に調節した上で、ルツボ10に設置したチタンをプラズマガン9を用いて、アルゴン(Ar)ガスを導入して高電圧の印加によりプラズマ状態を生成しながら、反応ガス導入口から炉7内に導入した反応ガスである窒素ガスと反応させることにより、基材2の表面上に中間層となるT i N膜3が被覆される。

30

【0026】

次に、最表面層としてV C膜4を被覆させるために、蒸発源としてチタンに変えてバナジウム(V)をルツボ10に設置する。そして、ルツボ10に設置したバナジウムをプラズマガン9を用いて、アルゴン(Ar)ガスを導入して高電圧の印加によりプラズマ状態を生成しながら、反応ガス導入口から炉7内に導入したアセチレンガスと反応させることにより、中間層であるT i N膜3上にV C膜4が被覆される。このようにして、基材2の表面にT i N膜3が中間層として成膜され、最表面層としてV C膜4が成膜されてなる硬質被膜被覆部材1が生成される。尚、成膜時の温度は、一般的に高いほど成膜速度を速めることができるが、基材2の耐熱性等の観点から、基材2として鋼が用いられる場合には、焼戻しによる寸法変形が生じない温度以下である400 ~ 500 程度に調節することが好ましい。

40

【0027】

また、硬質被膜被覆部材1 aを製造する場合にも、まず基材2及び蒸発源となるチタン(Ti)をそれぞれ基材保持部11及びルツボ10に設置する。そして、炉7内を排気ポンプを用いて適切な真空度に調節した上で、ルツボ10に設置したチタンをプラズマガン9を用いて、アルゴン(Ar)ガスを導入して高電圧の印加によりプラズマ状態を生成しながら、反応ガス導入口から炉7内に導入した反応ガスである窒素ガス及びアセチレンガスと反応させることにより、基材2の表面上に中間層となるT i C N膜5が被覆される。

【0028】

50

次に、硬質被膜被覆部材 1 を製造する場合と同様に最表面層として V C 膜 4 を被覆させるために、蒸発源としてチタンに変えてバナジウム (V) をルツボ 1 0 に設置する。そして、ルツボ 1 0 に設置したバナジウムをプラズマガン 9 を用いて、アルゴン (A r) ガスを導入して高電圧の印加によりプラズマ状態を生成しながら、反応ガス導入口から炉 7 内に導入したアセチレンガスと反応させることにより、中間層である T i C N 膜 5 上に V C 膜 4 が被覆される。このようにして、基材 2 の表面に T i C N 膜 5 が中間層として成膜され、最表面層として V C 膜 4 が成膜されてなる硬質被膜被覆部材 1 a が生成される。また、硬質被膜被覆部材 1、1 a の製造は、中空陰極放電 (H C D) 方式等の他のタイプのイオンプレーティング装置を用いて行うことも当然可能である。

【実施例】

【0029】

以下、本発明に係る硬質被膜被覆部材 1、1 a の効果について確認するための実施例について説明する。

【0030】

(実施例 1)

実施例 1 では、硬質被膜被覆部材 1 を製造するために、イオンプレーティング装置 (株式会社不二越製 S S - 2 - 8 S P) を用いて、被膜用原料には、バナジウム (純度 99.9%)、チタン (純度 99.5%)、反応ガスには、アセチレンガス (純度 98.0%)、窒素ガス (純度 99.9995%) を用いた。また、基材 2 には、材質を高速度工具鋼 S K H 5 1 とし、形状が $\phi 25\text{mm} \times 20\text{mm}$ 、H R C 64 に調質した鏡面仕上げ済みの試験片を用いた。そして、表 2 に示す成膜条件により表 3 に示すケース 1 ~ 4 の膜厚比及びマルテンス硬さを有する硬質被膜被覆部材 1 を生成した。

【表 2】

VC/TiN膜の成膜条件	TiN膜		VC膜	
	ボンバード時間	25分	ボンバード時間	60分
アルゴンボンバード条件	ワークバイアス電圧	150V	ワークバイアス電圧	150V
コーディング条件	コーディング時間	ケース1:9分	コーディング時間	ケース1:70分
		ケース2:15分		ケース2:60分
		ケース3:30分		ケース3:40分
		ケース4:45分		ケース4:20分
	ワークバイアス電圧	150V	ワークバイアス電圧	150V

【表 3】

	膜厚比条件	合計膜厚 (μm)	VC膜 (μm)	TiN膜 (μm)	マルテンス硬さ (GPa)
VC/TiN膜	ケース1	4.37	3.82	0.55	17
	ケース2	4.34	3.38	0.96	18
	ケース3	4.30	2.28	2.02	16
	ケース4	4.25	0.44	3.81	16

【0031】

(実施例 2)

実施例 2 では、硬質被膜被覆部材 1 を製造するために、実施例 1 と同様のイオンプレーティング装置 (株式会社不二越製 S S - 2 - 8 S P) を用いて、被膜用原料には、バナジウム (純度 99.9%)、チタン (純度 99.5%)、反応ガスには、アセチレンガス (純度 98.0%)、窒素ガス (純度 99.9995%) を用いた。また、基材 2 にも実施例 1 と同様の試験片を用いた。そして、表 4 に示す成膜条件により表 5 に示すケース 5 ~ 9 の膜厚比及びマルテンス硬さを有する硬質被膜被覆部材 1 a を生成した。

【表 4】

VC/TiCN膜の成膜条件		TiCN膜		VC膜	
アルゴンボンバード条件	ボンバード時間	25分		ボンバード時間	60分
	ワークバイアス電圧	150V		ワークバイアス電圧	150V
コーディング条件 (ワーク自身も治具を使って自転)	コーディング時間	ケース5:30分	コーディング時間	ケース5:64分	
		ケース6:40分		ケース6:50分	
		ケース7:50分		ケース7:36分	
		ケース8:55分		ケース8:29分	
		ケース9:60分		ケース9:11分	
	ワークバイアス電圧	150V	ワークバイアス電圧	150V	

10

【表 5】

	膜厚比条件	合計膜厚(μm)	VC膜(μm)	TiN膜(μm)	マルテンズ硬さ (GPa)
VC/TiCN膜	ケース5	4.65	2.96	1.69	19
	ケース6	4.09	1.84	2.25	18
	ケース7	4.31	1.55	2.76	18
	ケース8	4.20	1.15	3.05	18
	ケース9	4.06	0.44	3.62	18

【0032】

20

図4は、表2及び表4に示す成膜条件によりそれぞれ生成された表3のケース1～4及び表5のケース5～9の硬質被膜被覆部材1、1aの密着性を示すものである。図4では、ケース1～4及び5～9のそれぞれの膜厚比における密着性を検証するために、ケース1～4及び5～9に関して、最表面層のVC膜の膜厚を中間層のTiN膜3又はTiCN膜5と最表面のVC膜の膜厚を足し合わせた合計膜厚で割ったそれぞれの値に対する臨界荷重(Lc)をプロットしている。

【0033】

図4に示すように、中間層としてTiN膜3が形成されている硬質被膜被覆部材1では、TiN膜3を厚くするほどLc値が高くなる傾向が見られ、TiN膜3を中間層とすることにより、図2に示すような従来のようなVC膜単層の場合よりも密着性を改善できることが示された。特に、膜厚比が、VC膜4/TiN膜3 = 0.6/0.4 ~ 0.1/0.9となるように形成された場合には、臨界荷重は40N以上の優れた密着性を得ることができる。

30

【0034】

また、中間層としてTiCN膜5が形成されている硬質被膜被覆部材1aでも、TiCN膜5を厚くするほどLc値が高くなる傾向が見られ、TiCN膜5を中間層とすることにより、図2に示すような従来のようなVC膜単層の場合よりも密着性を改善できることが示された。特に、膜厚比が、VC膜4/TiCN膜5 = 0.3/0.7 ~ 0.1/0.9となるように形成された場合には、臨界荷重は40N以上の優れた密着性を得ることができる。

40

【0035】

尚、本発明の実施の形態は上述の形態に限るものではなく、本発明の思想の範囲を逸脱しない範囲で適宜変更することができる。

【産業上の利用可能性】

【0036】

本発明に係る成膜方法によって製造された硬質被膜被覆部材は、耐摩耗性に優れた硬度及び十分な密着性を有する金型や切削工具等として有効利用することができる。

【符号の説明】

【0037】

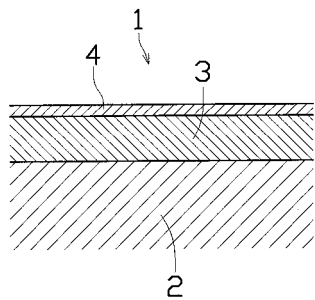
1、1a 硬質被膜被覆部材

50

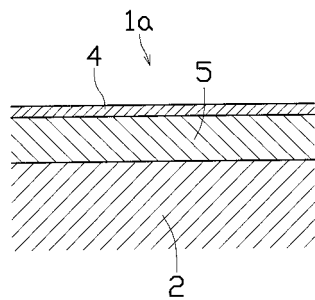
- 2
- 基材
- 3
- T i N 膜
- 4
- V C 膜
- 5
- T i C N 膜
- 6
- イオンプレーティング装置

【 図 1 】

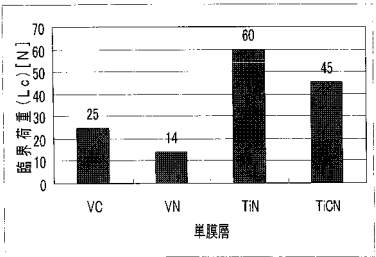
(a)



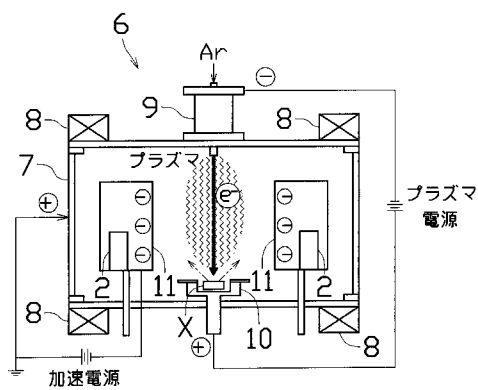
(b)



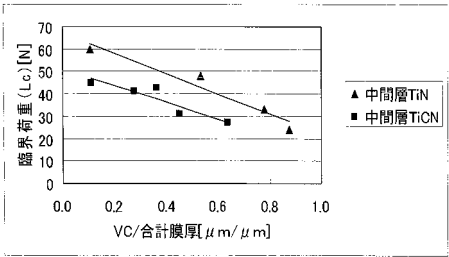
【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 4 】



フロントページの続き

(72)発明者 伊達 勇介

鳥取県米子市日下 1 2 4 7 地方独立行政法人鳥取県産業技術センター 機械素材研究所内

(72)発明者 玉井 博康

鳥取県米子市日下 1 2 4 7 地方独立行政法人鳥取県産業技術センター 機械素材研究所内

Fターム(参考) 3C046 FF09 FF10 FF16

4K029 AA02 BA54 BA55 BA58 BB02 BC02 BD05 CA04 CA13 FA05