

## 技術資料



## Technical Paper

# 鏡面磨き時のピンホール発生に及ぼす非金属介在物 および炭化物の影響

井ノ口貴之\*

## Influence of Non-Metallic Inclusions and Carbides on Pinhole Susceptibility in Mirror Polishing

Takayuki Inoguchi

### Synopsis

Mirror polishability is one of the most important properties of the plastic injection mold for making transparent or mirror surface products. Mirror surfaces are to be free from pinholes and undulation. Pinhole is a kind of small pit which appears during polishing process. Although the effects of metallurgical factors such as microstructure, hardness, cleanliness on pinhole susceptibility have been studied, the actual forming mechanism of pinholes has not been fully clarified.

To make it clear this mechanism current injection mold steels have been studied by observing actually polished surfaces with gradually refining polishing media.

The results obtained are as follows.

- (1) Soft non-metallic inclusions such as sulfides cause pinholes by being ground preferentially. Hard particles: nitrides, oxides and carbides, on the other hand, form pinholes by dropping themselves off.
- (2) Pinhole shape depends on the type of particles. Shallow and wide for soft inclusions and deep and narrow for hard particles.
- (3) In case of large polishing grits, pinholes hardly appear whether they are in the manner of preferential grinding or peeling off. Small grits, however, increases the number of pinholes.
- (4) When grit size is close to those of particles, hard inclusions and carbides tend to drop off easily.
- (5) When hard inclusions are distributed together with soft ones, they drop off easier than solely distributed.

## 1. 緒 言

金型を用いて製造されるプラスチック射出成形品は、日用品から産業機器まで多彩な分野で利用されている。意匠性や透明度を重視する製品が多いため、成形用金型には鏡面研磨やシボ加工が適用される。特にレンズやDVDなどの光学製品の射出成形では、金型の鏡面性が製品の透明度を左右するため、重要な特性となっている。

鏡面研磨は、機械加工などによって成形した表面を砥石や砥粒で磨いて凹凸を除去し、光沢を持たせる処理である。使用する砥粒はアルミナやダイヤモンドで、直径

が数十ミクロンからサブミクロンである。

鏡面研磨において発生する代表的な不適合には、ピンホール、オレンジピール、うねり、くもりなどが挙げられ、中でもピンホールと呼ばれる局所的な穴状の欠陥が多くを占める。面の大部分が平滑であるにも関わらず一箇所または複数箇所にて微少な凹みが生じる現象であり、最悪の場合は金型全体を再製作することもあり、深刻な不適合といえる。

実用金型における鏡面性の評価は目視による官能検査のみである場合が多く、定量評価には表面粗さ計が用いられる。また最近では反射率によって鏡面性そのもの

を評価することも試みられている<sup>2)~4)</sup>。

ピンホールの発生には磨き方法や錆の他に炭化物や非金属介在物が影響していることが以前から指摘されている<sup>5)</sup>。主な非金属介在物としては、硫化物、酸化物、窒化物、およびそれらの複合したものがある。清水ら<sup>2)</sup>は非金属介在物量と反射率に相関を認め、非金属介在物量によってピンホールが増加することを示している。しかし、ピンホールの発生に対する非金属介在物の種類に関する検討はこれまで例がなく、また、研磨の過程におけるピンホール発生挙動を捉えた事例は少ない。

そこで本稿では、ピンホールの発生を抑えるために必要な条件について知見を得ることを目的として、非金属介在物や炭化物の組成・量・サイズをあらかじめ確認した試料を用いて、粗研磨から鏡面仕上げに至るまでの各研磨段階において表面観察を実施し、非金属介在物や炭化物がピンホールに至る過程を確認した。

## 2. 供試材および実験方法

### 2. 1 供試材の鋼種

プラスチック成形用金型材として使用される汎用的な鋼種のうち、組成と溶製法の異なる代表6鋼種を選定した。各鋼種の概要をTable 1に示す。

#### (1)PX5

30 HRC 級焼入・焼戻し型の P20 系汎用プリハードン金型鋼として PX5 を選定した。良好な被削性を得るため S 添加により MnS を生成させているが、大気溶解であるため酸化物系介在物も不可避免的に存在する。

#### (2)NAK55

40 HRC 級析出硬化型の P21 系快削汎用プリハードン金型鋼として NAK55 を選定した。被削性を向上させるために意図的に MnS を生成させている。特殊溶解を実施しているため他の非金属介在物は非常に少ないが、Al 添加鋼であるため MnS の核に AlN が存在する場合がある。

#### (3)NAK80

40 HRC 級析出硬化型の P21 系高鏡面汎用プリハードン金型鋼として NAK80 を選定した。NAK55 と同様に特殊溶解を実施している上、鏡面性を重視する用途に供する

ため被削性改善成分は含んでおらず、非金属介在物は非常に少ない。ただし Al 添加鋼であるため、稀に AlN が認められる。

#### (4)PD613

60 HRC 級焼入・焼戻し型の冷間ダイス鋼系金型鋼として PD613 を選定した。多量のグラスファイバーを添加したプラスチックを射出成形する場合など、金型に耐磨耗性が求められる場合に使用される。その組成上不可避免的に炭化物を含有する。

#### (5)D-STAR

50 HRC 級焼入・焼戻し型のステンレス鋼系超高鏡面金型鋼として D-STAR を選定した。光学機器用透明品など特に高い鏡面性が求められる用途に使用される。SUS420J2 系の組成を持ち、特殊溶解による高纯净度化を繰り返して極限まで不純物を低減しているため、非金属介在物は極めて少ない。

#### (6)SUS630

40 HRC 級析出硬化型のステンレス鋼系高耐食金型鋼として SUS630 を選定した。SUS420J2 系より高い耐食性が必要とされる場合や、熱処理による変形を最小限に抑える必要がある場合に使用される。大気溶解であるため微量の酸化物が存在する。

### 2. 2 試験片採取方法

すべての鋼種の試験片は、素材の厚さおよび幅の中心位置から採取した。試験片寸法は素材の幅方向と長手方向に各 50 mm、厚さ方向に 10 ~ 15 mm とし、幅方向と長手方向の面 (50 mm × 50 mm) を研磨に使用した。

### 2. 3 研磨および観察方法

供試材は機械加工の後、手磨きにより研磨した。研磨方法は、砥石 #600、ペーパー #400 ~ #1500、ダイヤモンドペースト 9 μm (#1800)、6 μm (#3000)、3 μm (#8000) の順で行い、ペーパー #1500 およびダイヤモンドペースト 3 段階の計 4 段階で観察を実施した。ミクロ組織は光学顕微鏡で観察し、非金属介在物や炭化物の分布は光学顕微鏡によって撮影したミクロ組織を画像解析して調査した。

非金属介在物種類の同定には走査型分析電子顕微鏡

Table 1. Characteristic of specimens.

Name	Base steel	Chemical composition	Hardening type*	Hardness
PX5	P20	0.17C-1.6Mn-2.3Cr-0.4Mo-S	HT	32 HRC
NAK55	P21	0.12C-1.7Mn-3Ni-1Al-1Cu-S	PH	40 HRC
NAK80	P21	0.12C-1.7Mn-3Ni-1Al-1Cu	PH	40 HRC
PD613	SKD11	0.9C-8Cr-1Mo-0.4V	HT	60 HRC
D-STAR	SUS420J2	0.38C-0.9Si-13.5Cr-0.1Mo-0.3V	HT	52 HRC
SUS630	SUS630	0.37C-16Cr-1Mo-S	PH	35 HRC

\*HT : Hardening and Tempering, PH : Precipitation Hardening

(SEM-EDX) を用い、研磨表面の状態観察には微分干渉計とキーエンス社製デジタルマイクロスコープ VHX-500 を使用した。また、深さの測定が可能な原子間力顕微鏡およびレーザー顕微鏡を用いて、より詳細なピンホールの断面形状の特定を試みた。

## 3. 結 果

### 3. 1 PX5

PX5 のミクロ組織を Fig.1 に示す。MnS が主体であるが、一部酸化物と共存している。これを段階的に研磨した時の微分干渉計像を Fig.2 に示す。#1500 でも非金属介在物の形状は確認できる。ピンホールの形成は #1800 以降で観察される。

Fig.3 は、MnS を主体とする非金属介在物に内包された硬質介在物が脱落してピンホールになった様子を示している。軟質な硫化物の中に硬質な酸化物が共存することで、酸化物が掘り起こされやすい状態になっていると考えられる。

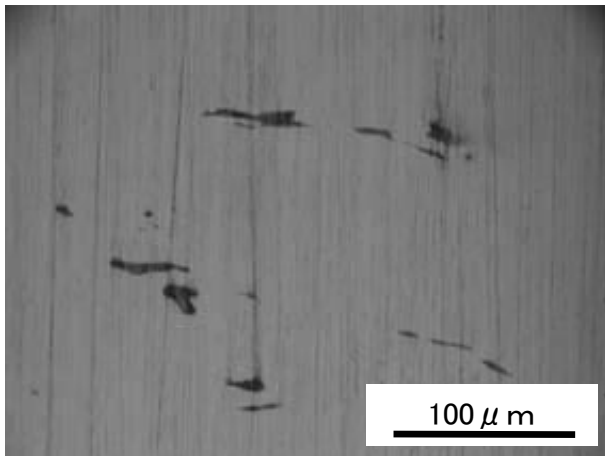
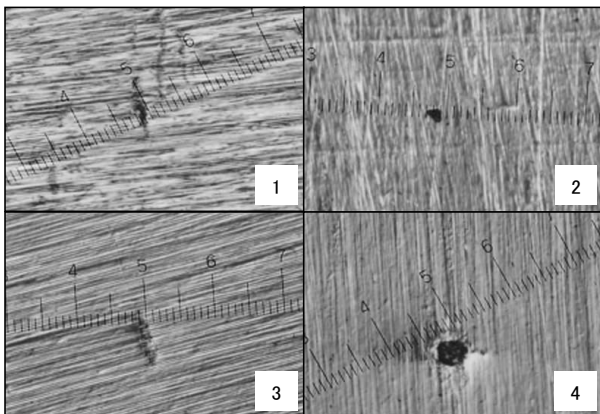


Fig.1. Microstructure of PX5.



- 1: Paper Polish #1500
- 2: Diamond Paste 9  $\mu\text{m}$  (#1800)
- 3: Diamond Paste 6  $\mu\text{m}$  (#3000)
- 4: Diamond Paste 3  $\mu\text{m}$  (#8000)

Fig.2. Differential interferometer investigation of gradually refining polished PX5.

### 3. 2 NAK55

NAK55 のミクロ組織を Fig.4 に示す。MnS が主体であるが、Fig.5 に示すように硬質介在物と共存している場合もある。これを段階的に研磨した試料の微分干渉計写真を Fig.6 に示す。PX5 と同様に #1500 で非金属介在物の形状が確認できるが、凹凸が明瞭に観察されるのは #3000 以降である。Fig.7 は #8000 で観察される MnS をレーザー顕微鏡によって観察したものであるが、MnS の幅が約 5  $\mu\text{m}$ 、長さが約 50  $\mu\text{m}$  あるのに対して深さは約 1  $\mu\text{m}$  しかなく、断面形状の幅と深さの比は 5 になる。

Fig.8 に MnS の内部にあるピンホールの内部を EDX 分析した結果を示す。AlN が確認されることから、この部分は MnS の優先研磨ではなく AlN が脱落したものと推定される。

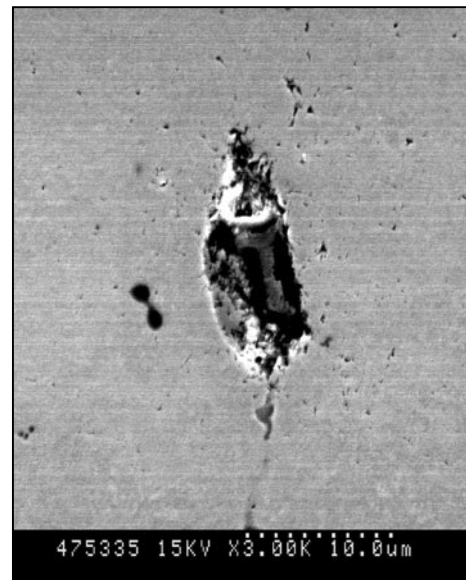


Fig.3. Microscopy of pinhole on PX5.

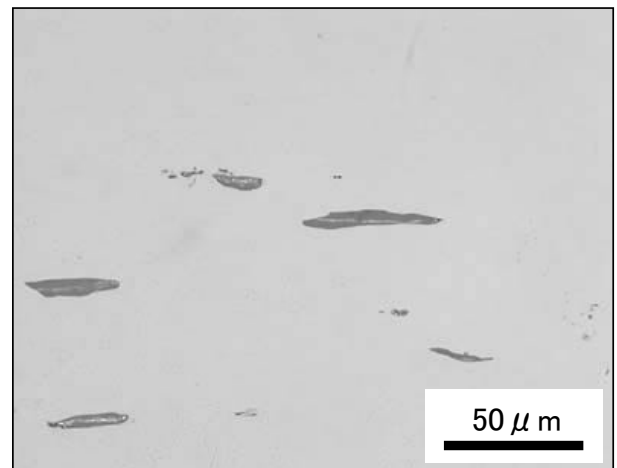


Fig.4. Microstructure of NAK55.



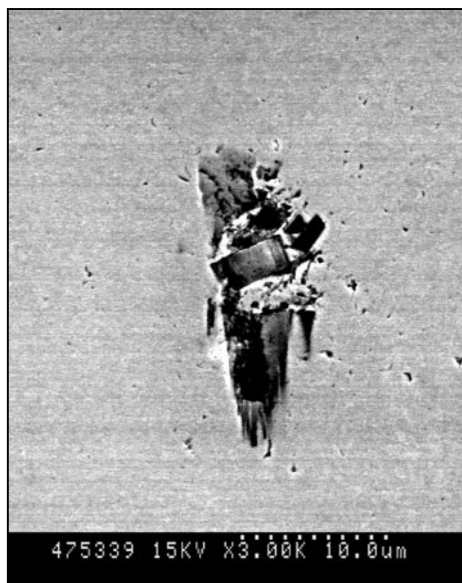


Fig.5. MnS with hard inclusion.

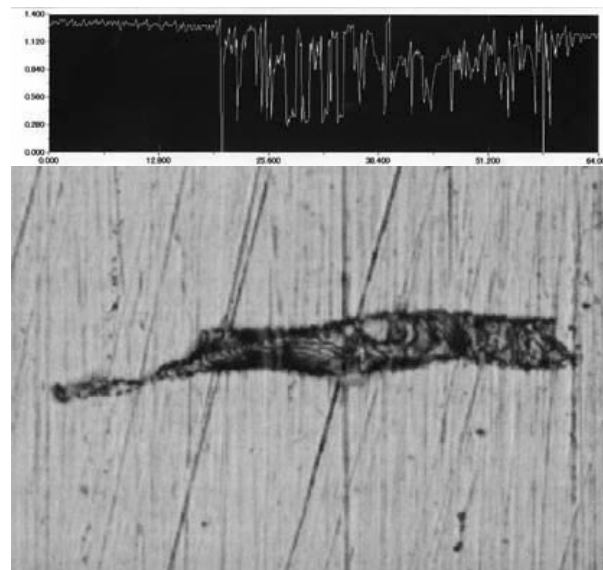
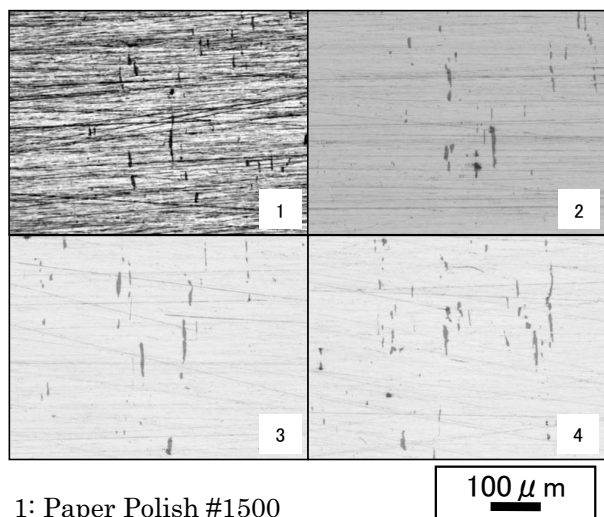


Fig.7. Laser microscopy of pinhole on NAK55.



- 1: Paper Polish #1500  
 2: Diamond Paste 9  $\mu\text{m}$  (#1800)  
 3: Diamond Paste 6  $\mu\text{m}$  (#3000)  
 4: Diamond Paste 3  $\mu\text{m}$  (#8000)

Fig.6. Differential interferometer investigation of gradually refining polished NAK55.

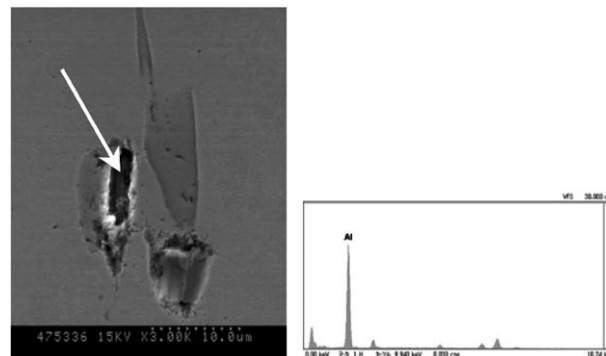


Fig.8. SEM-EDX analysis of inclusion in NAK55.

### 3. 3 NAK80

NAK80のマイクロ組織をFig.9に示す。微量ではあるが非金属介在物が存在する。これを段階的に研磨した時のデジタルマイクロ스코プ観察像をFig.10に示す。#1800まではピンホールが存在しないが、#3000以降ではピンホールの発生が認められる。観察されたピンホール、周辺のSEM-EDX像をFig.11に示す。NAK55で認められたものと同様に、AINの存在が確認された。Fig.12はピンホールの断面形状をレーザー顕微鏡で観察したものである。幅が5～10  $\mu\text{m}$ であるのに対し深さが1.5～2  $\mu\text{m}$ で、断面のアスペクト比は2～7程度と小さいことがわかる。

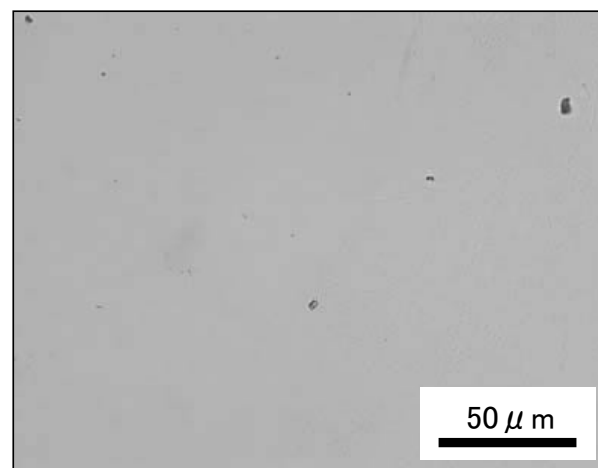
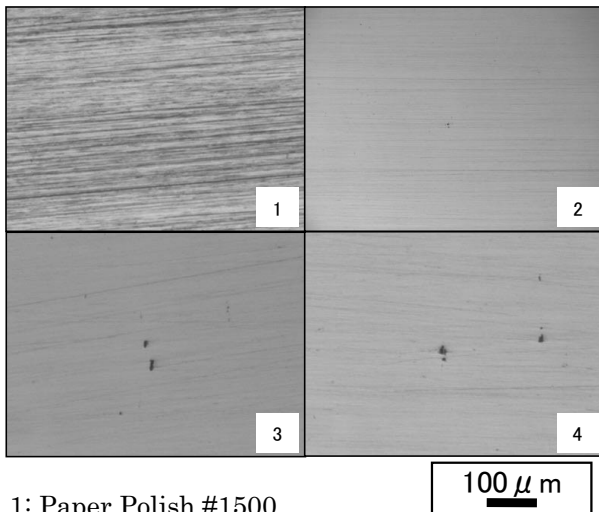


Fig.9. Microstructure of NAK80.

### 3. 4 PD613

PD613のマイクロ組織をFig.13に示す。晶出炭化物が存在する。これを段階的に研磨した試料のデジタルマイクロ스코プ像をFig.14に示す。#1500ではピンホールがほとんど認められず、#1800以降ではピンホールが発生す



- 1: Paper Polish #1500  
 2: Diamond Paste 9  $\mu\text{m}$  (#1800)  
 3: Diamond Paste 6  $\mu\text{m}$  (#3000)  
 4: Diamond Paste 3  $\mu\text{m}$  (#8000)

Fig.10. Digital microscopy of gradually refining polished NAK80.

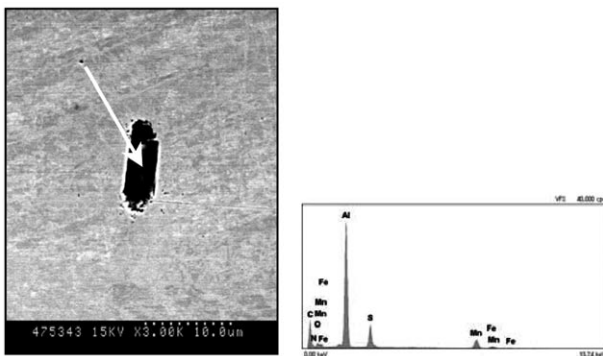


Fig.11. SEM-EDX microscopy of pinhole on NAK80.

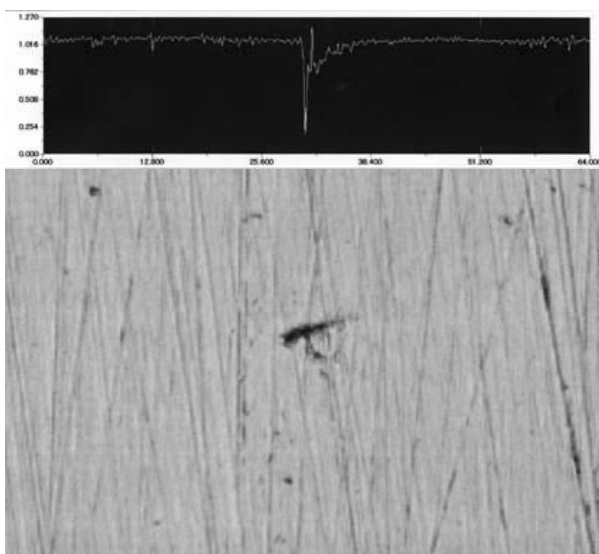


Fig.12. Laser microscopy of pinhole on NAK80.

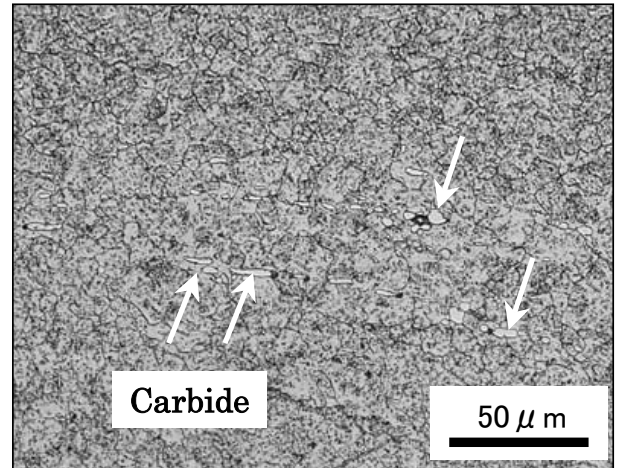
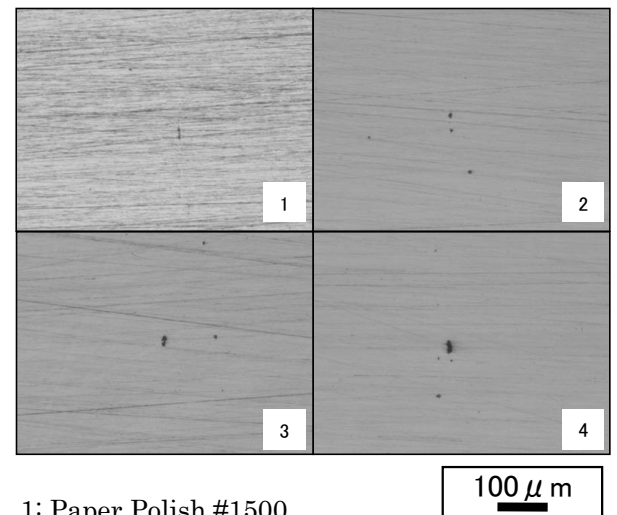


Fig.13. Microstructure of PD613.



- 1: Paper Polish #1500  
 2: Diamond Paste 9  $\mu\text{m}$  (#1800)  
 3: Diamond Paste 6  $\mu\text{m}$  (#3000)  
 4: Diamond Paste 3  $\mu\text{m}$  (#8000)

Fig.14. Digital microscopy of gradually refining polished PD613.

るが、凸状に残っている炭化物の方が多く観察される。これは、炭化物はマトリックスより硬質であるため相対的に研磨されにくいためと考えられる。しかし研磨の砥粒が小さくなるに従って、凹状のピンホールも増加している様子が確認された。炭化物のサイズがおよそ 10  $\mu\text{m}$  であるのに対し、ピンホールが発生しはじめる砥粒のサイズは 9  $\mu\text{m}$  である。Fig.15 は原子間力顕微鏡でピンホールを観察した像であるが、ピンホールに接して角張った凸部の残存が認められる。

### 3. 5 D-STAR

D-STAR のミクロ組織を Fig.16 に示す。非金属介在物はほとんど観察されない。これを段階的に研磨した時



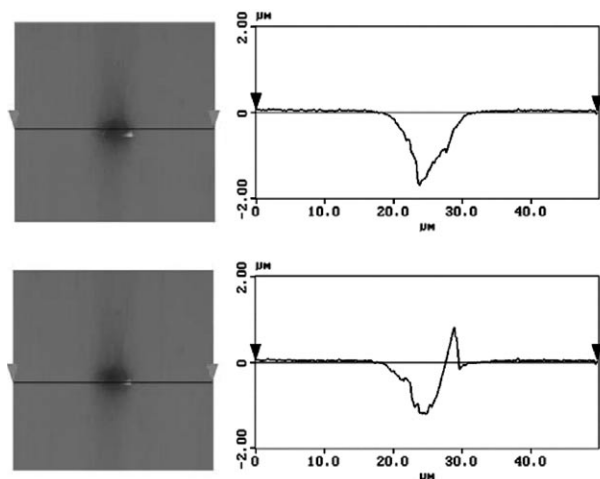


Fig.15. Atomic force microscopy of pinhole on PD613.

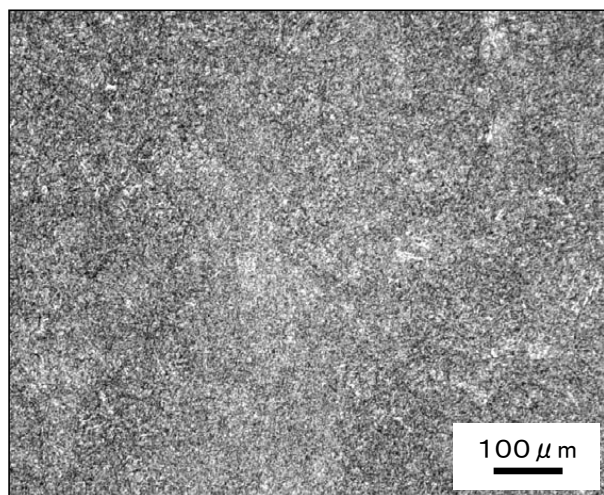
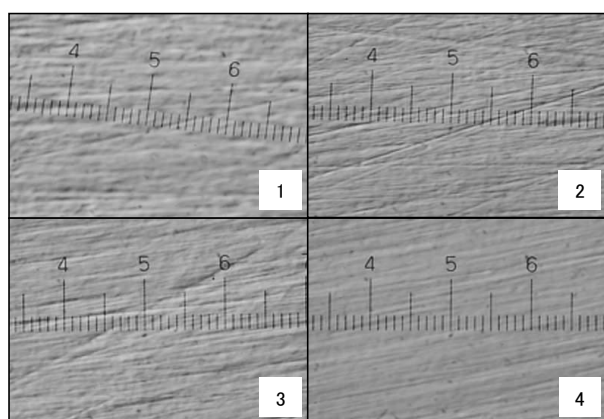


Fig.16. Microstructure of D-STAR.



- 1: Paper Polish #1500
- 2: Diamond Paste 9  $\mu\text{m}$  (#1800)
- 3: Diamond Paste 6  $\mu\text{m}$  (#3000)
- 4: Diamond Paste 3  $\mu\text{m}$  (#8000)

Fig.17. Differential interferometer investigation of gradually refining polished D-STAR.

の微分干渉計写真を Fig.17 に示す。#8000 まで磨いてもピンホールは観察されなかった。この鋼種については #14000 以降でも実用に耐えることが確認できている。

### 3. 6 SUS630

SUS630 のミクロ組織を Fig.18 に示す。これを段階的に研磨した時のデジタルマイクロスコープ像は Fig.19 に示すとおりで、ピンホールは非常に少ないが、直径 1  $\mu\text{m}$  程度の凸形状が観察される。さらによく観察すると、これとはほぼ同様な寸法の凹部がある。凹部を原子間力顕微鏡で観察したものを Fig.20 に示す。このピンホールのサイズは直径約 2  $\mu\text{m}$ 、深さ約 50 nm (0.05  $\mu\text{m}$ ) である。

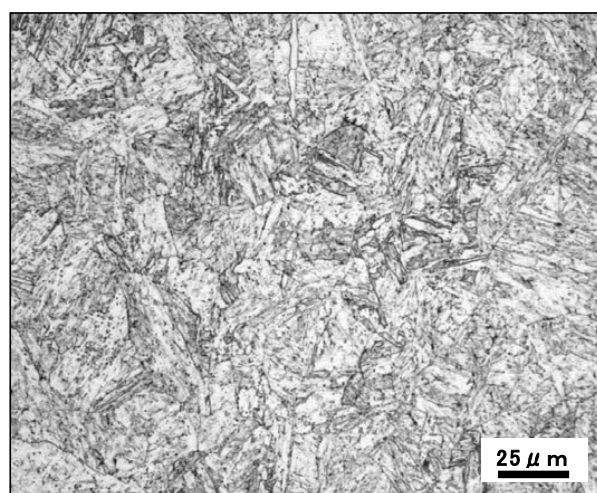
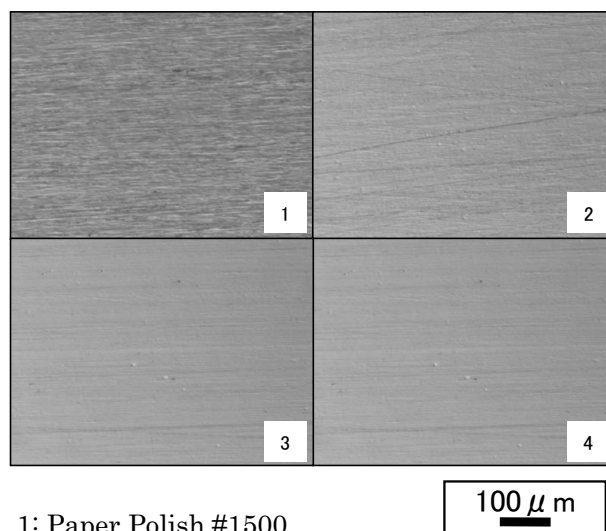


Fig.18. Microstructure of SUS630.



- 1: Paper Polish #1500
- 2: Diamond Paste 9  $\mu\text{m}$  (#1800)
- 3: Diamond Paste 6  $\mu\text{m}$  (#3000)
- 4: Diamond Paste 3  $\mu\text{m}$  (#8000)

Fig.19. Digital microscopy of gradually refining polished SUS630.

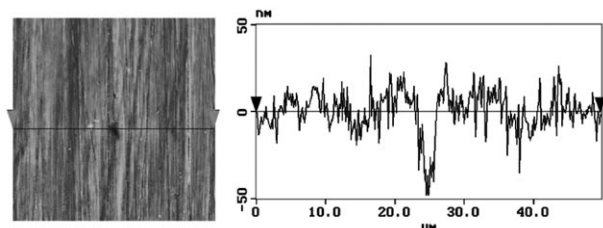


Fig.20. Atomic force microscopy of pinhole on SUS630.

## 4. 結果の検討

炭化物、硫化物、窒化物、酸化物を含む各種プラスチック金型用鋼材を段階的に研磨し、炭化物および非金属介在物の種類によるピンホールの発生挙動の差異が明確になった。

### (1) 軟質粒子（硫化物）

PX5 や NAK55 に含まれる硫化物はマトリックスと異なる色を持った非金属介在物である上にサイズも窒化物や酸化物より 10 倍～100 倍程度大きい。そのため研磨の初期段階から外観に影響し、ある程度以上の鏡面になれば目視でも確認できる。マトリックスより軟らかいため優先的に研磨されることで緩やかな凹みを形成する。従って、光沢や反射率という意味での鏡面性は損なうが、ピンホールとして局所的な影響は少ないと考えられる。その際、研磨剤が非金属介在物サイズより小さくなるに従って、非金属介在物によってできた凹みに研磨剤が入り込みやすくなるため、ますます優先的な研磨が助長される傾向にある。

例えば #1500 で研磨された写真の中に写っている非金属介在物の横幅は 10  $\mu\text{m}$  程度しかないため、研磨剤がそれより大きい時点では非金属介在物の内部だけを優先的に研磨することができない。そのため、非金属介在物の幅より十分に小さい研磨剤を使用する段階で初めて明瞭な段差が形成される。従って、硫化物のサイズが小さいほど鏡面性は向上すると考えられる。

### (2) 硬質粒子（炭化物、酸化物、窒化物）

炭化物、酸化物、窒化物はいずれもマトリックスより高い硬度を持ち、相対的に研磨されにくい。そのため粗研磨では凸状に残存する傾向を示す。しかし仕上げ研磨に近づくと硬質粒子が脱落することでピンホールを形成する。

PD613 に観察された炭化物は 10  $\mu\text{m}$  程度のサイズを持ち、#1800 すなわち砥粒サイズが 9  $\mu\text{m}$  の研磨で脱落を開始している。NAK80 に観察された AlN は 5  $\mu\text{m}$  程度で、砥粒サイズが 6  $\mu\text{m}$  で脱落が観察される。SUS630 に観察された酸化物は 1～3  $\mu\text{m}$  程度で、砥粒サイズ 3  $\mu\text{m}$  でも脱落は少数に留まっている。これらの事実から、脱落

は砥粒サイズが粒子サイズに近づいた時に起こりやすくなっていると考えられる。ただし、粒子サイズが同等だった場合にその種類によってどのような差が生じるかについては今回の調査では確認できなかった。

### (3) 軟質粒子 + 硬質粒子

軟質な硫化物が主体である非金属介在物でも、部分的に硬質粒子と共存している場合には硬質粒子の脱落が起きやすくなる傾向が認められる。これは、硬質粒子を保持する力がマトリックスより弱くなることと、硬質粒子の周囲の軟質粒子が集中的に研磨されるためと考えられる。

## 5. まとめ

各種プラスチック金型用鋼の鏡面研磨に発生するピンホール欠陥について、炭化物、硫化物、窒化物、酸化物の影響をそれぞれ調査した結果、以下のことがわかった。

- (1) 軟質な非金属介在物（硫化物）は優先研磨によってピンホールを発生させるが、硬質な非金属介在物（窒化物、酸化物）や炭化物は脱落によってピンホールを発生させる。
- (2) 軟質な非金属介在物によって生じるピンホールは比較的浅く広い断面形状を持つが、硬質な非金属介在物や炭化物は深く狭い断面形状を持つ。
- (3) 研磨の砥粒が大きい場合は優先研磨も脱落も発生量が少ないが、砥粒が小さくなると発生量が増加する。
- (4) 硬質な非金属介在物や炭化物の場合、砥粒のサイズがそれらのサイズに近くなるとピンホールの発生量が増加する。
- (5) 硬質粒子と軟質粒子が共存している場合は、硬質粒子の脱落がより起こりやすくなる。

以上より、ピンホール発生を抑制するには以下の点に留意して研磨するべきである。

- a. 砥粒が細かい方が非金属介在物を起点とするピンホールを発生させやすくなるため、仕上げに近づくほど最小限の研磨に留める必要があること。
- b. 硬質介在物の脱落によって生じるピンホールはみかけより深いため、発生した時と同じ砥粒で研磨を続けても除去するのは困難であり、より粗い研磨からやり直す必要があること。

### 謝辞

本報告における鏡面研磨は、オーケーディー(株)戎浦氏および関係各位のご協力により実施しました。ここに深く感謝の意を表します。

(文 献)

- 1) 例えば, 福尾憲二: 特殊鋼, **42** (1993), 12, 20.
- 2) 清水崇行, 藤井利光: 電気製鋼, **74** (2003), 125.
- 3) 金澤重久, 加藤正倫, 山畑利行: 千葉県機械金属試験場研究報告, **27** (1997), 19.
- 4) 幸田盛堂, 松下俊宏, 熊谷幹人, 村田悌二, 上田完次, 杉田忠彰: 日本機械学会ロボティクス・メカトロニクス講演会 '92 講演論文集, Vol.A, 537.
- 5) 田部博輔: 型技術, **20** (2005), 12, 93.