

# 金型鋼の窒化処理層における熱的挙動に関する研究\*1

## —実装金型の表面処理による寿命改善技術の開発—

八代 浩二・日原 政彦・小松 利安・倉元 眞實\*2・野坂 洋一\*3・堀越 康弘\*4・ミッコ クンプラ\*5

## Study on Thermal Behavior of Nitride Layer on Die Steel

### —Development for Life Up of Dies by Surface Treatment—

Koji YATSUSHIRO, Masahiko HIHARA, Toshiyasu KOMATSU, Makoto KURAMOTO,

Yoichi NOSAKA, Yasuhiro HORIKOSHI and Mikko KUMPURA

### 要 約

ダイカスト等の熱間金型に用いられている窒化処理層の熱的な特性は、金型の製作技術や操業条件の違いにより大きく異なることが多い。しかし、窒化処理層の分解挙動や窒化物の形態変化に関する知見は、現在でも明確に得られていない。これらの知見を得るため、窒化処理した金型鋼試験片による熱疲労試験、ならびに、窒化処理した金型を用いた実証試験を行い、金型の表面品質の安定化手法の確立と操業経費の削減を目的に本研究を実施した。実装金型による評価において、金型の損傷部分では、圧縮残留応力の低下と窒化処理層の劣化とに密接な関係のあることがわかった。また、窒化処理の効果的な適用方法を検討する目的で行った評価試験の結果、熱疲労試験の過程で各段階毎に再窒化処理を施すと、クラックの抑制効果が認められた。

### Abstract

Nitride layer formed on the hot work die, such as die casting die, have different properties according to the technical skill of die making and conditions of die operation. Thermal behavior and changes of nitride layer have not been thoroughly clarified in the past. This study was done to establish a method of stabilization for surface quality of various nitrided dies. In the field test, it is clarified that reduction of compressive stress and deterioration of nitrided layer were closely related. Also, to apply the re-nitriding to die casting dies, re-nitrided specimens were evaluated by thermal fatigue test. From the results that were obtained by this study, it was clarified that the re-nitriding process is effective method for life up of Aluminum die casting die.

### 1. 緒 言

構造不況業種に指定され、東南アジアへの生産拠点のシフトに伴う空洞化の影響を受けている金型産業は、多くの産業の根幹を担っている。金型産業においては、型製造技術と使用時における品質評価技術の両者の確立が求められている。

なかでも、非常に過酷な操業状態を要求されるダイカスト等の熱間金型には、製品表面の安定化の目的で各種の表

面処理<sup>1)</sup>が用いられている。この処理は金型の耐ヒートチェック性、耐熱衝撃性および焼き付き性等の改善を目的としているが、これらの諸特性は金型の製作技術や操業条件により大きく異なることが多い。金型の安定性の維持には、当センターで提案した窒化処理方法が有効となるが、窒化処理層の熱的挙動（ヒートチェック性および溶損性）や窒化物の形態変化に関する知見は、現在でも明確にされていない。

昨年度は、金型鋼（金型鋼、マルエージング鋼）および窒化処理（ガス窒化、浸硫窒化処理等）した各試験片の試験過程での熱疲労にとまなう耐ヒートチェック性ならびに残留応力の影響について検討を行った。

これらの結果に基づき、本年度は窒化処理した金型を用いて実証試験を行い、評価試験との対応性を検証した。次に、窒化処理のダイカスト金型への効果的な適用方法につ

\*1 本研究はH11年度産学官共同研究促進事業（県単事業）において実施した

\*2 職業能力開発総合大学校

\*3 三井金属鉱業（株）

\*4 （有）カナック

\*5 国営ラウマ社（フィンランド）

いて検討を加える目的から、金型鋼試験片に、試験前に複数回の窒化処理（以下、繰り返し窒化処理という）を施し、熱疲労特性を検討した。熱疲労特性の評価は各サイクル毎の表面残留応力、試験終了後のクラックの発生形態観察、窒化物形態および結晶構造の変化等について、X線残留応力、クラック測定および顕微鏡観察等から行った。

また、これまでに得られた結果から、熱疲労過程で窒化処理層が分解し、それに伴い圧縮残留応力が低下してクラックが発生することを明らかにした。そこで、分解した窒化処理層に再度窒化処理を施し、表面近傍の窒素の逃散による異常層を、窒素の再固溶により健全化させることで、更なる寿命向上が期待できる。このことから、熱疲労試験過程で、所定のサイクル毎に試験を中断して、再度窒化処理を行い（以下、再窒化処理という）、熱疲労特性について検討した。

## 2. 実験方法

### 2-1 ダイカスト金型の残留応力測定

実際の金型と評価試験結果との対応性を検討する目的で、複合窒化処理をダイカスト金型に適用して実証試験を行った。

金型素材は、熱間金型用合金工具鋼（JIS-SKD61）であり、焼入れ-焼戻し処理により表面硬さを50HRCとした。この金型に、操業前および操業過程で複合窒化処理を繰り返し施し、約34×10<sup>4</sup>ショット操業した後、表面の残留応力測定を行い、操業後における窒化処理層の挙動を検討した。図1に複合窒化処理条件、表1にX線応力測定条件を各々示す。測定装置は、(株)リガク製MSF-2Mを用い、平行ビーム法により並傾法で行った。

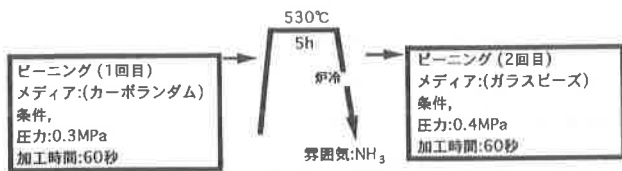


図1 複合窒化処理条件

表1 X線応力測定条件

回折面	$\alpha$ Fe211
ターゲット	CrK $\alpha$
フィルタ	V
管電圧	30kV
フィラメント電流	8mA
測定法	$\sin^2 \psi$ 法
X線の応力定数	-297MPa/deg

図2に金型の概略図、表2にダイカストの鑄造条件を各々示す。なお、製品は円筒形状の自動車部品である。金型の構成は固定型ならびに可動型（200×150mm、H=80mm）と、左右に可動中子（Slidecore）のあるものである。アルミ溶湯の鑄造過程における湯流れは、溶湯がランナー（湯道）、ゲート（湯口）、キャビティ（製品部）、エアレント（ガス抜き溝）の順に充填されて凝固する。

表2 ダイカストの操業条件

ダイカストマシン	東芝機械 DC135t
ダイカスト素材	ADC12 (JIS H5302)
鑄造圧力	67MPa
鑄造速度	1.6m/s
離型剤の種類	水溶性
溶湯温度	680°C (953K)

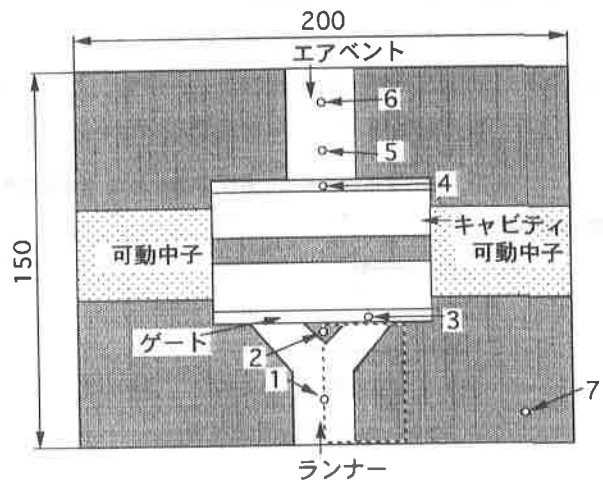


図2 金型の概要

### 2-2 窒化処理の効果的な適用

#### 2-2-1 試験片

熱疲労試験片素材は、前述の金型鋼（SKD61）である。試験片は、図3に示すように、直径 $\phi$ 58-厚さ20mmの寸法に機械加工して製作した。なお、熱疲労試験で加熱-冷却

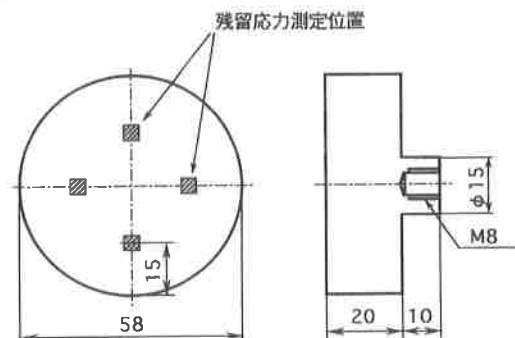


図3 試験片形状

を繰り返し負荷される試験面は、研削後エメリー研磨を行い、その後、焼入れ-焼戻し処理を行い、表面硬さを48HRCとした。

### 2-2-2 繰り返し窒化処理

試験片作成後、図2に示した複合窒化処理条件により処理を行った。処理回数は1回から3回まで行い、毎回同一の条件で繰り返し行った。なお、ここで1回、2回および3回処理した試験片を試験片A、試験片Bおよび試験片Cと各々呼ぶ。

### 2-2-3 再窒化処理

再窒化処理の概要を図4に示す。試験前に複合窒化処理を1回施し、後述の熱疲労試験において、 $5 \times 10^3$ サイクル毎に再窒化処理を同一の条件で施し、最大 $1.5 \times 10^4$ サイクルまで試験を行った。以降、 $5 \times 10^3$ サイクル後の試験片を再窒化処理試験片A、 $1 \times 10^4$ サイクル後の試験片を再窒化処理試験片Bおよび $1.5 \times 10^4$ サイクル後の試験片を再窒化処理試験片Cとそれぞれ呼ぶ。

なお、 $5 \times 10^3$ サイクル毎の再窒化処理は、このサイクル数において試験片表面の残留応力が、初期値の約 $1/2$ になること<sup>2)</sup>を考慮してサイクル数の設定を行った。

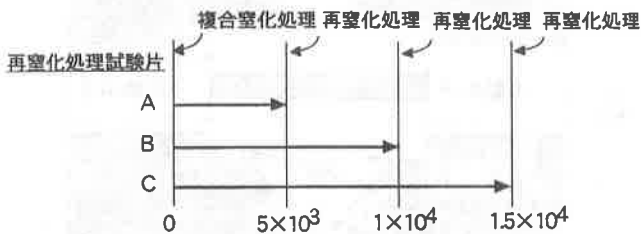


図4 再窒化処理の概要

### 2-2-4 熱疲労試験

熱疲労試験は、ダイカストの操業条件を考慮し、試験片の表面を加熱ブロックに接触させ、 $570^\circ\text{C}$ になるまで加熱(160秒)後、水槽中へ投入し、約 $100^\circ\text{C}$ まで冷却(15秒)させる接触加熱方式の試験機で行い、この加熱-冷却のサイクルを $1.5 \times 10^4$ サイクルまで行った。試験過程における試験片表面は、金属顕微鏡観察、残留応力および半価幅の測定を所定のサイクル毎に試験を中断して行った。なお、X線応力測定は、表1に示した条件で行った。

また、試験後における各試験片の断面観察から、クラックの形成および進展状況を検討した。クラックの測定は、残留応力の測定位置を中心として10mmの範囲を設定し、その範囲に認められた最大クラック長さおよびクラック数について行った。

なお、各サイクル毎の残留応力値は、試験片表面の等価の位置4カ所の平均値で示した。また、残留応力分布は、試験片表面を電解研磨で逐次除去しながら測定した。

## 3. 実験結果

### 3-1 ダイカスト金型の残留応力挙動

図5に、操業後の金型における表面の残留応力測定結果を示す。残留応力の測定結果、アルミ溶湯の接触しない位置(2:湯道近傍, 7:金型端部)では、約 $-900 \sim -1100\text{MPa}$ の値を示し、操業前の最表面とほぼ同じ値となった。しかし、溶湯と接触する部位については、アルミ溶湯との接触による窒化処理層の分解ならびに熱疲労に起因したクラックによる圧縮残留応力の低下が認められた。最も残留応力の低下量が大きい傾向を示したのは、ランナー内の位置1(湯道)であり、 $-162\text{MPa}$ の値となった。また、各位置における残留応力の低下量を比較すると、ランナー部の残留応力の低下が最も大きく、ゲート、エアVENTと湯流れの方向に沿って残留応力の低下率は小さくなる傾向を示したが、湯流れ過程における溶湯温度の低下にともない金型表面温度も低下し、窒化処理層の分解が遅延した結果と考えられる。

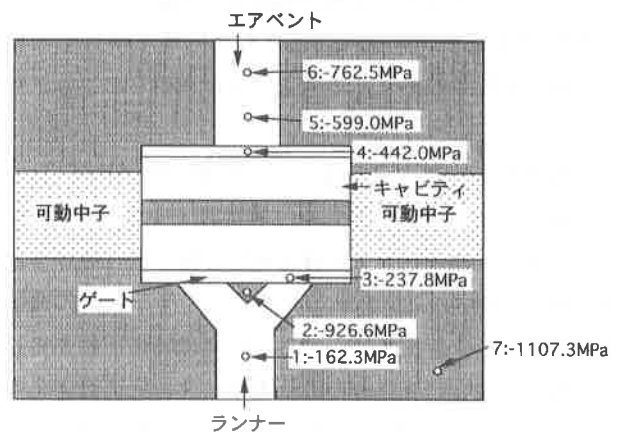


図5 金型の残留応力測定結果

### 3-2 繰り返し窒化処理

#### 3-2-1 顕微鏡組織観察

図6は、繰り返し窒化処理した試験片A、BおよびCにおける熱疲労試験前の断面組織を示す。最表面に存在する窒化物層(白層)は、試験片Aではほとんど観測されないが、繰り返し処理回数の増加に伴い、少しずつ厚くなり、試験片Cにおいては、3回の処理により非常に薄いものの均一な窒化物層の存在が認められた。この原因は、繰り返し回数の増加によるもの<sup>3,4)</sup>と考えられる。また、各試験片の生地(鋳素)が侵入した拡散層(写真で表面近傍に黒色を呈する領域)を観察すると、その深さは繰り返し窒化処理の回数の増加に伴っても組織変化は明確に認められなかった。

これらの各試験片について、 $1.5 \times 10^4$ サイクルの熱疲労試験を行った後の断面観察結果を図7に示す。試験片A、

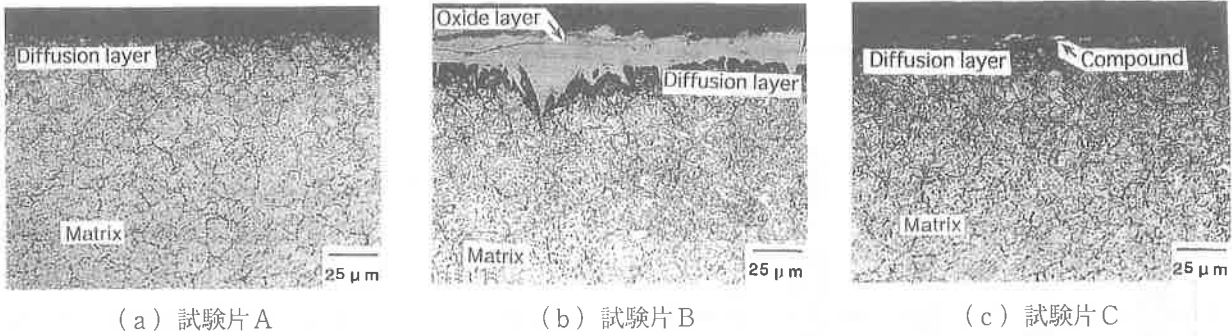


図6 繰り返し窒化処理試験片の断面組織 (試験前)

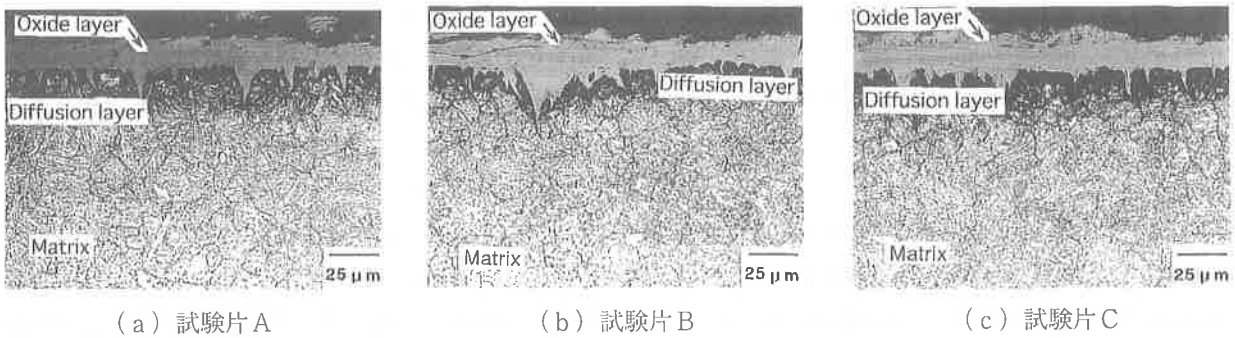


図7 繰り返し窒化処理試験片の断面組織 (試験後)

BおよびCにおける各表面の酸化物の形成は、繰り返し数の増加に伴わずかに厚くなる傾向を示した。なお、試験片Aのように1回の窒化処理においては、窒化物の形成は非常に少なく不均一な状態を示した。また、試験片BおよびCでも同様であった。

無処理試験片の場合、熱疲労試験過程で発生したクラックは、表面から徐々に進展し生地内に深く成長する形態<sup>5)</sup>をとることが多い。しかし、本実験の様に表面の窒化処理を行った3種類の試験片は、クラック先端部が拡散層領域内(正面直下の黒色部)で止まっていることが観察された。このことは、窒化処理の拡散層が熱疲労試験中で、クラックの進展を阻止する作用のあることを示唆している。

### 3-2-2 残留応力測定

図8は、繰り返し窒化処理した3種類の試験片の熱疲労

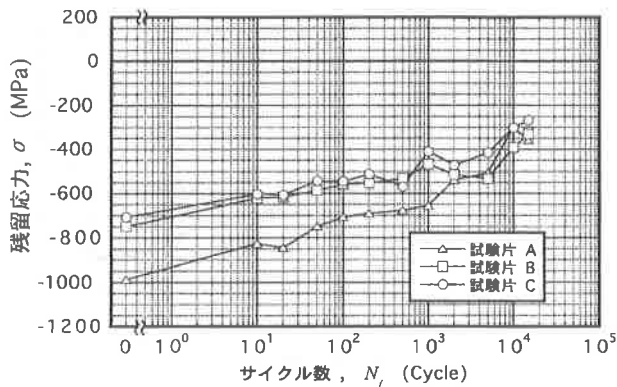


図8 熱疲労試験過程における残留応力推移

試験過程における残留応力とサイクル数との関係を示す。

試験片Aの表面圧縮残留応力は、熱疲労試験前では約-1.0GPaとなり、他の2種類の試験片に比べ大きな値を示した。この残留応力はサイクル数の増加とともに徐々に減少し、 $10^4$ サイクル以降はさらに低下し、 $10^4$ サイクル近傍で、試験片BおよびCと共に、同一な値、約-400MPaに収束する形態を示した。

しかし、熱疲労試験前では、試験片BおよびCの表面の残留応力は-700MPa程度を示し、2種類の試験片においても、サイクル数の増加に伴う残留応力の減少する形態は、同様であった。また、試験片Aにおいて、サイクル数の少ない初期の状態(1~ $10^1$ サイクル程度)では、圧縮残留応力値が大きい状態で推移する傾向を示した。

$1 \times 10^4$ サイクル近傍になると、残留応力測定の際のX線侵入領域には、各試験片共にクラックが多数存在し、熱応力の負荷とクラックの存在により窒化処理層内の応力が解放されることから、測定される残留応力値は徐々に減少し、同一の値に収束するものと考えられる。

### 3-2-3 クラック測定

$1.5 \times 10^4$ サイクルの熱疲労試験後の断面から生地中に成長したクラックの測定結果を図9に示す。

最大クラック長さは試験片AおよびBで $30 \mu\text{m}$ 程度となり明確な違いが認められないが、試験片Cは約 $50 \mu\text{m}$ と増加した。しかし、この金型鋼の無処理試験片での熱疲労試験結果は、最大クラック長さが $180 \sim 190 \mu\text{m}$ 程度あり、ガ

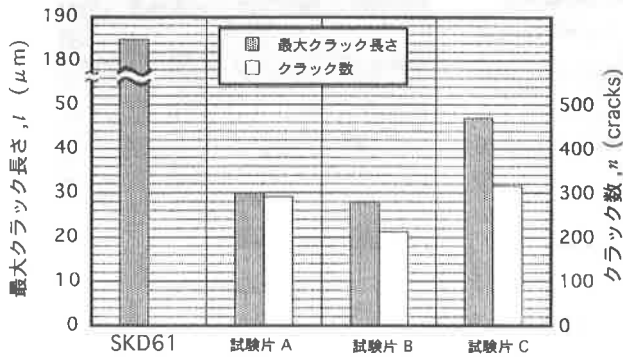


図9 繰り返し窒化処理試験片のクラック測定結果

ス窒化処理の繰り返し数が増加しても、無処理試験片に比べ耐ヒートチェック性は著しく向上することが明らかとなった。

本実験においては、同一条件下での繰り返しガス窒化処理した試験片で行ったため、窒化物層の存在が1回に比較して、繰り返し数の増加により厚くなる傾向が示されたが、1回と2回とでは、その有意差は明確に認められないことが明らかとなった。

なお、試験片Cの最大クラック長さは、他の試験片AおよびBに比べ、約25 $\mu\text{m}$ 程度大きな値を示した。この結果は、試験片Cの表面は他の試験片に比べ、窒化物の形成が厚いことに起因した現象と考えられる。

窒化物層が厚く（窒化物厚さ約10~20 $\mu\text{m}$ ）形成したガス軟窒化処理<sup>6)</sup>やガス浸硫窒化処理<sup>7)</sup>等の試験片における、熱疲労試験後の最大クラック長さは、180~1100 $\mu\text{m}$ と大きな値を示すことが認められている。よって、窒化物層の厚さの増加は、耐ヒートチェック性を低下させる要因になるが、本研究に用いた試験片Cの窒化物厚さは2 $\mu\text{m}$ 以下であり、上述の結果と比較し、著しく低い値であるが、窒化物形成に伴う耐ヒートチェック性の低下傾向は良く一致している。

また、従来の熱疲労特性の評価試験結果は、単一条件下における1回の処理による結果<sup>5)</sup>を示してきたが、繰り返しのショットピーニングとガス窒化処理を行った場合の窒化物形成挙動と熱疲労特性との関係が明らかとなり、金型の寿命向上と維持管理技術の確立にとって重要な知見が得られたものと考えられる。

金型の操業過程で繰り返しのガス窒化処理を施す際は、試験片Aの結果と同様な表面状態を維持できる処理を行うと、耐ヒートチェック性にとって効果的であり金型寿命の向上に有効になると考えられる。

なお、2回以降のガス窒化処理条件を変化させ、1回目と同様な硬さおよび残留応力分布形態に処理する安定した

技術の確立が、今後の研究課題であり、耐ヒートチェック性の向上にとって、良好な方法と考えられる。なお、クラックの測定結果もこのことを示唆している。

### 3-3 再窒化処理

#### 3-3-1 表面残留応力の変化

図10は、熱疲労試験過程における各試験片表面の残留応力変化を示す。

各試験片ともに、試験前は約-1000MPa近傍の圧縮残留応力が認められた。この圧縮応力は、試験サイクル数の増加とともに減少し、 $5 \times 10^3$ サイクルで約-500MPaになり、初期応力値の約1/2となった。これは、熱疲労試験時の加熱による窒化処理層の分解（固溶窒素の大気中への逃散と母材中への再拡散）ならびに熱サイクルの繰り返しによるクラックの発生に起因した挙動と考えられる。このサイクル数（ $5 \times 10^3$ サイクル）において再窒化処理を施すと、圧縮残留応力は-1300MPa程度まで増加した。

なお、 $1 \times 10^4$ および $1.5 \times 10^4$ サイクルにおける再窒化処理前後の残留応力変化は、 $5 \times 10^3$ サイクルと同様な傾向を示した。また、各々の試験サイクル終了時における残留応力は、サイクル数の増加とともに低下する傾向を示した。

#### 3-3-2 半価幅の挙動

図11は、熱疲労試験過程における $\alpha$  Fe211回折線の半価幅変化を示す。半価幅の値は、図10における残留応力測定

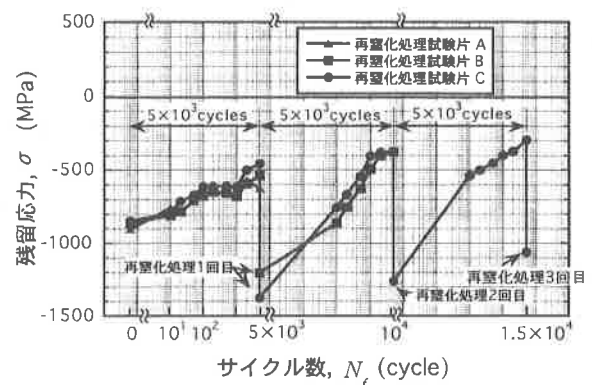


図10 熱疲労試験過程における表面残留応力変化

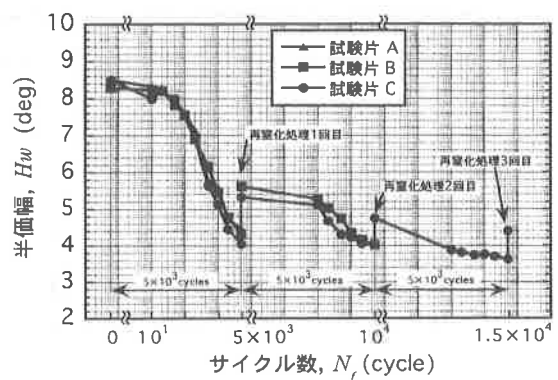


図11 熱疲労試験過程における半価幅変化

時の値 ( $\psi = 9 \text{ deg}$ )を用いた。各試験片ともに、試験過程で半価幅が低下した後、再窒化処理により増加し、前述の残留応力と同様な挙動を示した。しかし、再窒化処理による半価幅の増加量は、 $1.5 \times 10^4$ サイクルで、約0.8であり、残留応力における増加率と比較すると小さい結果を示した。

本実験の場合、半価幅の変化に影響を及ぼす要因は、回折に寄与する結晶の不均一ひずみの変化<sup>1)</sup>と考えられる。なお、試験片の製作過程で、金型鋼素材は焼入れ-焼戻し処理を施し、その後、窒化およびショットピーニング処理を施している。したがって、試験前の窒化処理層において、これらの因子が相互に影響を及ぼし不均一ひずみが発生していると考えられる。

熱疲労試験における加熱温度 ( $570^\circ\text{C}$ ) は、金型鋼素材の焼戻し温度に近い。よって、試験過程では母材の焼戻しと窒化処理層の分解により不均一ひずみが開放され、半価幅が低下したのと考えられる。なお、再窒化処理後における半価幅の増加量は、窒化処理に由来した不均一ひずみの回復量に相当すると考えられる。

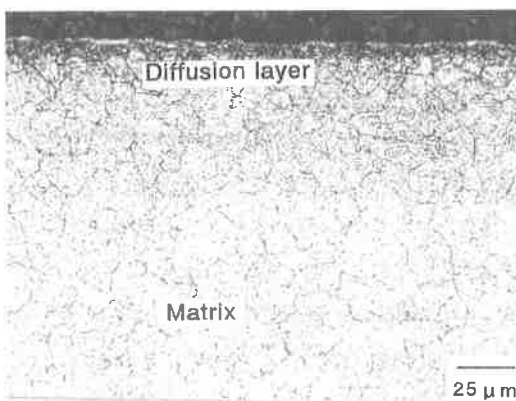
### 3-3-3 断面観察

図12 (a) ~ (d) は、熱疲労試験前および試験後における各試験片の断面観察結果を示す。熱疲労試験後の試験片観察は、試験後のまま、および試験後に再窒化処理を施した状態を比較した。

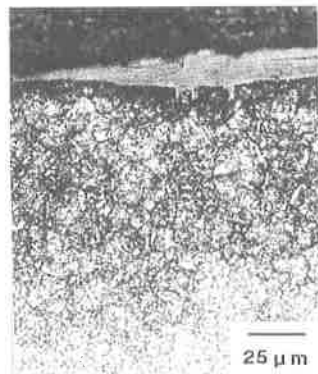
熱疲労試験前 (a) の試験片表面には、わずかに白色の化合物の形成が認められた。また、表面から約 $100 \mu\text{m}$ の領域まで、わずかに黒色を呈した窒素の拡散層が認められた。

$5 \times 10^4$ サイクルの熱疲労試験後 (b) において、表面に約 $10 \mu\text{m}$ 程度の均一な酸化層の形成が認められた。この酸化層の直下には、 $5 \mu\text{m}$ 程度のクラックの存在が認められ、クラックの開口部内には酸化物が形成していた。また、黒色に観察される拡散層の領域は、試験前と比較して深くなる傾向を示した。

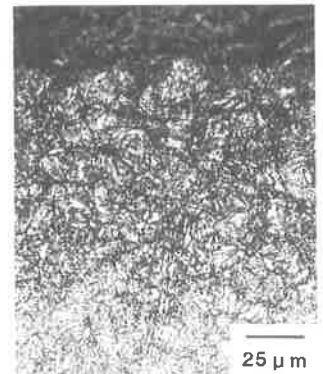
この試験片に再窒化処理を施すと、最表面に形成していた酸化層は消失するとともに、その直下に存在していたクラックもほとんど認められない。これは、再窒化処理の前に行ったショットピーニング処理により、表面層がわずかに除去された結果と考えられる。本実験におけるショットピーニング処理の主目的は、前述のように試験片表面組



(a) 試験前

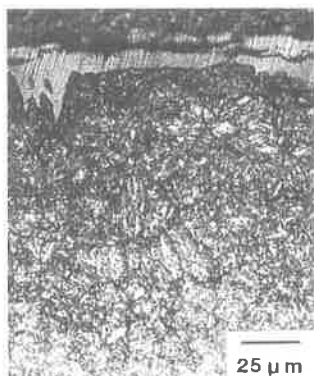


試験後のまま

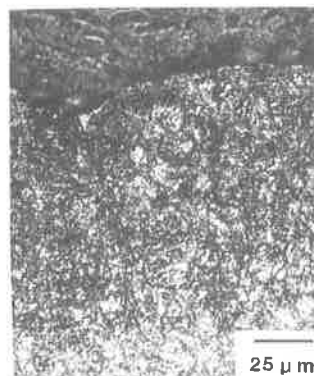


再窒化処理後

(b) 再窒化処理試験片 A ( $5 \times 10^4$ サイクル)

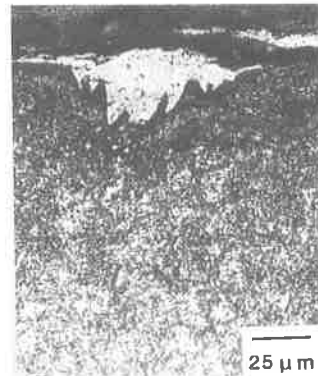


試験後のまま

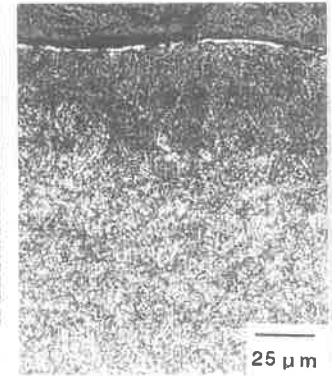


再窒化処理後

(c) 再窒化処理試験片 B ( $1 \times 10^4$ サイクル)



試験後のまま



再窒化処理後

(d) 再窒化処理試験片 C ( $1.5 \times 10^4$ サイクル)

図12 再窒化処理試験片の断面観察



織のち密化および圧縮残留応力の付与であり、窒化処理との併用で熱疲労特性の向上が認められた結果に基づいている。しかし、本結果からも明らかのように、熱疲労過程で施すショットピーニング処理は、微細クラックの除去にとっても有効であることが明らかとなった。

熱疲労試験後の各試験片（図12（b）～（d）左側）の結果において、発生した小さなクラックは、試験サイクル数の増加とともに相互に連結するとともに、開口幅が増加して、大きな単独のクラックへと成長する状況が観察された。また、酸化層の厚さは、試験サイクル数の増加とともに低下する傾向を示した。1×10<sup>4</sup>サイクルの試験後に再窒化処理を施すと、前述の再窒化処理試験片Aと同様に、酸化層は除去された。しかし、高い試験サイクル数になると、初期サイクルで発生したクラックが内部へ成長するために、クラックは完全に除去されず、うねりのような状態で残存することが観察された。この傾向は、1.5×10<sup>4</sup>サイクルの試験後においても同様であったが、このサイクル数では、わずかに化合物の形成が認められた。

なお、拡散層の存在深さには大きな相違が認められなかったが、1.5×10<sup>4</sup>サイクルの試験後に再窒化処理を施すと、濃淡の異なる2層の拡散層が観察された。濃度の濃い領域は、このサイクル数の終了後における再窒化処理により形成され、薄い領域は、それ以前の再窒化処理により形成した拡散層と考えられる。

### 3-3-4 硬さ分布

図13は、各試験片の表面から内部への硬さ分布を示す。図中には比較のため、1回の窒化処理を施した試験片の熱疲労試験前の状態を△印、ならびに窒化処理を行わずに1.5×10<sup>4</sup>サイクルの試験を行った試験片（以下、無処理試験片と呼ぶ）の値を▲印で各々示す。

熱疲労試験前において、表面近傍の硬さは約680HVであり、硬化層深さは約100μmであった。

5×10<sup>3</sup>サイクルの試験後、表面近傍の硬さは、試験前と比較すると、約50HV低下した。また、硬化層深さは約200mmまで深くなり、母材硬さも80HV程度低下した。試験後の状態における各試験片の硬さ分布曲線の形態は、ほぼ同様であったが、各々の曲線の違いを相対的に比較すると、試験サイクル数が5×10<sup>3</sup>から1×10<sup>4</sup>サイクルの間で約60HV、1×10<sup>4</sup>から1.5×10<sup>4</sup>サイクルの間で約20HVの低下が認められ、高サイクル領域では硬さの低下量が、より減少することが明らかとなった。

これらの試験片に再窒化処理を施すと、各試験サイクル数において表面近傍の硬さは増加したが、サイクル数の増加とともに硬さの増加量は減少する傾向を示した。

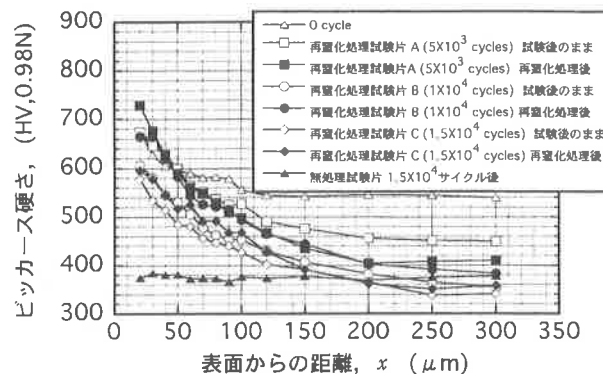


図13 深さ方向への硬さ分布

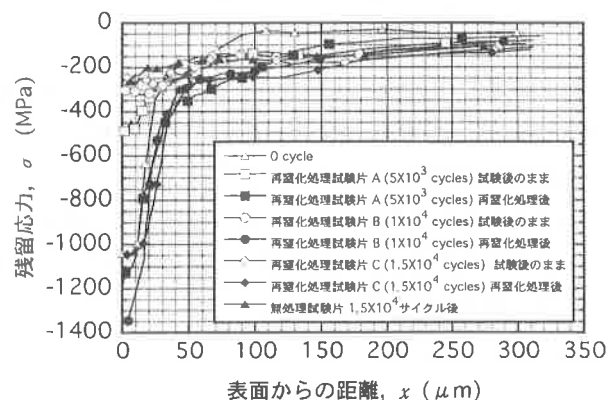


図14 熱疲労試験前後における残留応力分布

### 3-3-5 残留応力分布

図14は、各試験片の表面から内部への残留応力分布を示す。前項と同様に、熱疲労試験前の状態を△印、ならびに窒化処理を行わずに1.5×10<sup>4</sup>サイクルの試験を行った試験片の値を▲印で各々記した。熱疲労試験前において、最表面には約-1300MPaの圧縮残留応力が認められた。この残留応力は、表面からの深さの増加とともに低下して、約100μmでほぼ0となった。5×10<sup>3</sup>サイクル後における表面の圧縮応力は、-500MPa程度まで低下した。この低下は、拡散層内部においても同様に認められたが、残留応力の存在深さは200μm近傍まで増加した。

### 3-3-6 クラック測定

図15は、各試験片の熱疲労試験後における最大クラック長さおよびクラック数の測定結果を示す。試験サイクル数の増加とともに最大クラック長さは、約20μmから90μmへと増加し、逆にクラック数は、約520本から140本へと減少する傾向を示した。前述の断面観察結果から明らかのように、再窒化処理前後に施すショットピーニング処理による微細クラックの除去の影響から、クラック数が減少したと考えられる。しかしながら、微細クラックは除去されるが、逆にピーニング後においても残存したクラックには応力集中が生じ、その結果、クラック進展が助長され、最大クラ

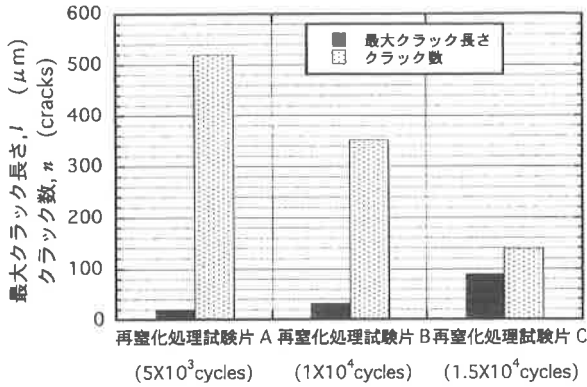


図15 各再酸化処理試験片のクラック測定結果

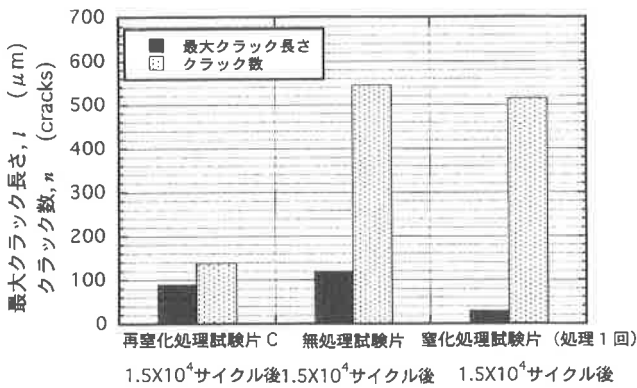


図16 熱疲労試験後におけるクラック測定結果の比較

ック長さは増加したものと考えられる。

図16は、再酸化処理を2回施して $1.5 \times 10^4$ サイクルの熱疲労試験を行った試験片C、無処理試験片ならびに試験前の酸化処理のみで再酸化処理を施さない試験片におけるクラック測定結果の比較を示す。

再酸化処理した試験片Cと無処理試験片とを比較すると、試験片Cは、最大クラック長さおよびクラック数ともに減少した。特に、クラック数は著しく減少し、無処理試験片のそれに対し、約1/4となった。一方、試験前に酸化処理を施した試験片と再酸化処理試験片Cとを比較すると、クラック数は、前者の約520本に対し、後者は約140本へと減少するが、最大クラック長さは約 $30 \mu\text{m}$ から $90 \mu\text{m}$ へと増加する傾向を示した。

これは、図15に示した結果と同様に、試験の初期過程において発生した微細クラックが、再酸化処理の際に併用したショットピーニング処理により除去されたものと考えられる。

以上のように、熱サイクル過程の間に、再酸化処理とショットピーニング処理とを施すと、微細クラックの除去、圧縮残留応力および硬さの付与により、健全な酸化処理層を維持できることが明らかとなった。

したがって、酸化処理したダイカスト金型に、操業過程

において適切な酸化処理を再度施すと、健全な表面層が維持され、金型の寿命向上にとって有効な手法になるものと考えられる。また、酸化処理層の劣化ならびに再酸化処理により、著しい残留応力変化が認められたことから、再酸化処理の適切な施工時期を判断するためには、X線応力測定から得られた残留応力値が有効な指標ならびに手法となることが明らかになった。

#### 4. 結言

酸化処理した実際の金型を用いて実証試験を行い、評価試験との対応性を検証した。また、酸化処理のダイカスト金型への効果的な適用方法について検討を加える目的から、金型鋼試験片に、繰り返し酸化処理ならびに再酸化処理を施し、熱疲労特性を検討した。その結果を下記に要約する。

- 1) ダイカスト金型を用いた実証試験結果において、金型の損傷部分では、圧縮残留応力の低下と、酸化処理層の劣化に密接な関係のあることが明らかとなった。また、表面残留応力値は、金型内の湯道、湯口および製品部等、損傷度合いの大きい部位が、低下することが明らかとなった。この結果から、平成10年度に行った実験結果<sup>9)</sup>の妥当性が示された。
- 2) 繰り返し酸化処理試験片において、繰り返し数が増加すると表面近傍では、過剰な窒素ガスの供給により窒化物の形成厚さが増加する傾向を示した。熱疲労試験過程での表面残留応力の測定において、試験片Aは約 $2 \times 10^4$ サイクルまで、他の処理した試験片に比較し、大きな圧縮応力で推移する。なお、試験片BおよびCは、試験片Aよりも約250MPa低い残留応力値を示した。
- 3) 再酸化処理試験片において、熱疲労試験過程で酸化処理層の表面残留応力および半価幅は低下する傾向を示した。この圧縮残留応力の低下は、再酸化処理により、ほぼ試験前の値まで回復した。試験片の断面観察から、熱疲労試験過程において、再酸化処理前後のショットピーニング処理により、微細クラックの消滅が観察された。また、 $1.5 \times 10^4$ サイクルの試験後、再酸化処理を施すと濃淡の異なる2層の拡散層の存在が認められた。濃度の濃い領域は、このサイクルにおける再酸化処理、濃度の薄い領域は、それ以前の酸化処理により形成したそれぞれの拡散層であることが推定される。
- 4) 熱疲労試験後における最大クラック長さおよびクラック数を測定した結果、試験サイクルの増加とともにクラック数は減少したが、最大クラック長さは増加する傾向を示した。



参考文献

- 1) 日原政彦：ダイカスト金型の寿命向上とその対策，軽金属通信アル社，大阪，pp.77-91 (1994)
- 2) 八代浩二他：熱処理，38 (6)，p.340 (1998)
- 3) M.A.J.Somaers,N.M.Van Der Pres,D.Schalkoord and E. J. Mittemcijer：Metallurgical, Trans.,A, 20A (Aug.)，pp.1533-1538 (1989)
- 4) 鈴木信一，谷健二：熱処理，33 (2)，pp.92-97 (1993)
- 5) 八代浩二 他：非破壊検査，47 (9)，pp.658-664 (1998)
- 6) 日原政彦：熱処理，36 (3)，pp.124-136 (1996)
- 7) (社)日本熱処理技術協会：熱間工具材料の表面層の改善研究会共同研究成果発表会講演集，pp.5-12 (1998)
- 8) カリテイ：X線回折要論，p.265，(1970)
- 9) 八代浩二他：金型鋼の窒化処理層における熱的挙動に関する研究，平成10年度山梨県工業技術センター研究報告，13,pp.11-19 (1999)