

金型鋼の窒化処理層における熱的挙動に関する研究 (第3報)

—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¹・佐野 正明

Study on Thermal Behavior of Nitride Layer on Die Steel (3rd report)

—Development for Life Up of Dies by Surface Treatment—

Koji YATSUSHIRO, Masahiko HIHARA and Masaaki SANO

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。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。その結果、アルミ溶湯が接触する位置では全て圧縮残留応力の低下が認められた。また、湯流れの方向に沿って残留応力の低下率が小さくなる傾向を示した。金型のランナー部を切り出して再窒化処理後の表面における残留応力変化を測定したところ、再窒化前には残留応力値は大きく低下していたが、再窒化後では全ての位置において操業前の値とほぼ同じ水準まで回復した。これらの結果から、再窒化処理によるアルミダイカスト金型の寿命向上効果が示された。

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 and to reduce the cost of production. As a result, reduction of the compressive stress was found at all of the position that contacts molten aluminum. Reduction ratio of residual stress decreased along with molten metal flow. After the re-nitriding of the runner area cut from the die, compressive residual stress that has large decrease before the re-nitriding was almost repaired at the same level before operation of die. 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

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¹⁾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。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²⁾までに、窒化処理層の形成状態と熱疲労特性との関係を検討し、ガス窒化処理による約70 μ m程度の拡

散層の形成が有効であることを見いだした。また、熱疲労過程で処理層の分解に伴う残留応力の変化が明らかとなり、残留応力測定により表面処理層の劣化状態を把握できる可能性を見出すことができた。さらに、ガス窒化処理を試験過程で再度施しながら熱疲労試験を行ったところ、施さないものと比較してクラック数が低減した。よって、実際の金型においても、再度窒化処理を施すことでクラックの抑制効果が期待できることが明らかとなった。

これらの背景から、本報告では再度窒化処理した金型を用いて実証試験を行った。ダイカスト金型の残留応力測定は、表面処理を施していないものについての報告^{3)~5)}はあるが、窒化処理を施した金型について報告された例は少ない。また、操業時における金型表面の加熱により窒化処理

¹⁾(現) ウッデホルム(株)

層が分解するため、分解後に再度窒化処理を行うと金型寿命を向上させることが可能と考えられるが、窒化処理を繰り返した事例についての報告⁶⁾も極めて少ない。

昨年度は、表面の残留応力測定のみについて報告した。本年度は断面組織観察、残留応力分布測定等を行うとともに、操業後の金型に再窒化処理を適用して評価試験との対応性をより詳細に検証した。

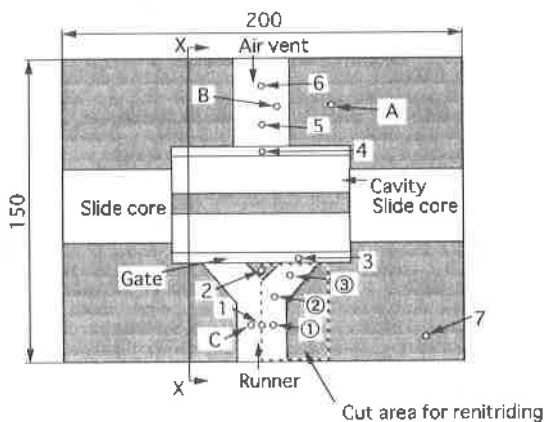
2. 実験方法

2-1 金型および表面処理

Fig. 1 に実験に用いた金型（固定型）の外観ならびに残留応力等の測定位置を示す。実験に用いた素材は、金型鋼（SKD61）を基本にして熱間靱性を向上させた改良材である。金型作製の工程は、まず機械加工による荒加工後、目標硬さを50HRCとして焼入れ-焼戻し処理を行った。次に、放電加工による仕上げ加工を行い、その際に生じる引張残留応力の除去および圧縮残留応力の付与を目的としてショットピーニング処理（メディア：ガラスビーズ、投射圧力：0.5MPa）を施した。その後、複合窒化処理を施して実験に供した。

製品は円筒形状の自動車部品であり、鋳造は東芝機械製ダイカストマシンDC135tを用いて行った。操業終了後の金型（固定型）について表面の残留応力、断面の組織観察、残留応力および硬さ分布を測定し、複合窒化処理層の分解挙動について検討した。複合窒化処理および鋳造条件は前報⁷⁾と同一である。

なお操業過程では、製品の肉眼検査によって金型を管理し、製品品質が低下した時点で操業を中断して再度複合窒化処理を施した後、再び操業を行った。



1 ~ 7 : Positions for the surface residual stress measurement
 A ~ C : Positions for the distribution curve measurement of residual stress
 ① ~ ③ : Positions for the residual stress measurement for the effect of renitriding

Fig. 1 Schematic view of die

2-2 残留応力測定と断面観察

残留応力測定は、Cr-K α 線の α Fe211回折を利用した平行ビーム法による並傾法で、金型表面に貼付した塩化ビニル製のテープにより、X線照射領域を ϕ 5mmに制限して行った。Table 1 にその条件を示す。

断面観察および硬さ分布測定は、ワイヤカット放電加工機により金型を切断し、放電加工変質層をエメリペーパーにより除去して行った。また、表面から内部への残留応力分布は、電解研磨により表面を逐次除去しながら測定した。

Table 1 Condition of X-ray stress measurement

Diffraction	α Fe211
Target	Cr
Filter	V
Tube voltage	30kV
Filament current	8mA
Measurement method	$\sin^2 \psi$
X-ray stress constant	-297 MPa/deg

2-3 金型の再窒化処理

この金型について、表面に著しい劣化が認められたランナー（湯道）部をワイヤカット放電加工機を用いて切断し、複合窒化処理を再度施した。その前後における変化を残留応力、半価幅、硬さ測定および断面観察から検討した。

3. 実験結果

3-1 処理層の分解挙動

Fig. 2 に、操業後の金型表面における残留応力測定結果を示す。

アルミ溶湯の接触しない位置（2：湯道近傍および7：金型端部）では、約-1000~1100MPaの値を示し、操業前の最表面とほぼ同じ値を示した。しかし、溶湯と接触する部位については圧縮残留応力の低下が認められ、最も低下量が大きい傾向を示したランナー内の残留応力は、位置1（湯道）で-9.7MPaであった。

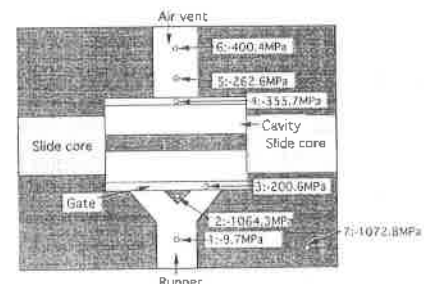


Fig. 2 Residual stress on the die surface

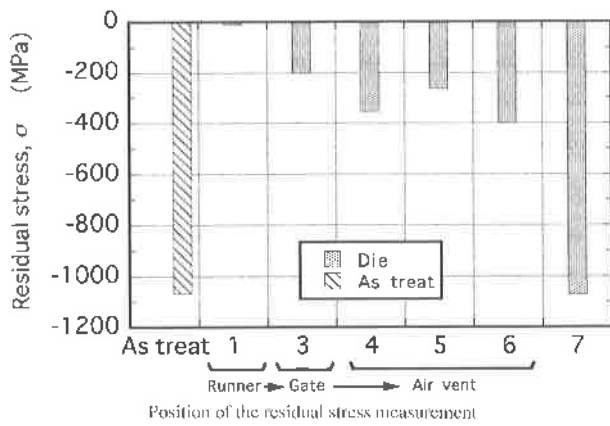


Fig. 3 Results in the measurement of residual stress at each position

Fig. 3 は、Fig. 2 に示した表面の残留応力値について、各測定位置毎に示した結果である。なお、比較のため図中に操業前と同一の履歴で作製した試験片の値を示す（この値は図中においてAs treatと記す）。

前述のように、ランナー部の残留応力の低下が最も大きく、ゲート、エアイベント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とともに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。

Fig. 4 に、金型の各位置における断面方向の残留応力分布を示す。Fig. 3 と同様に、図中に操業前と同一履歴の試験片の結果を示す。

操業前の状態と比較すると、操業後では各々の位置共に残留応力の存在領域が表面から約200 μ mとなり、やや増加する傾向を示した。また、内部で一定となる残留応力値は、溶湯と接触する部分（BおよびC）では50MPa程度の引張応力であった。

各位置における残留応力分布は金型表面温度の分布に対応し、エアイベント部に近い位置A、エアイベント部の位置B、ランナー部の位置Cの順で大きく低下する傾向が認められ

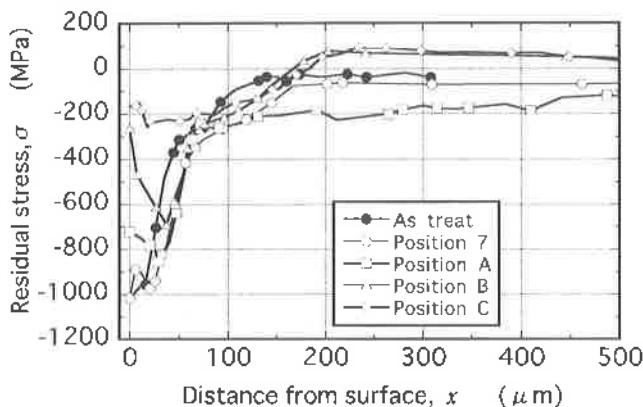


Fig. 4 Residual stress distribution of die at each position

た。また、残留応力値の低下は、表面から約50 μ mの領域で開始することが明らかとなった。なお、ランナーとの距離が離れた位置7では残留応力の低下は明確に観察されなかった。

Fig. 5 およびFig. 6 に、断面方向の硬さおよびX線応力測定における半価幅分布の測定結果を示す。

位置7、すなわち溶湯と直接接触しない位置における硬さは、最表面で約1000HVの高い値を示し、内部への距離の増加とともに硬さは低下して、約200 μ m近傍で母材の値となった。それに対し、他の位置では溶湯との接触による加熱に起因して窒化処理層が分解し、表面から約30 μ mの領域で硬さは低下する傾向を示すが、それぞれの位置において明確な違いは認められなかった。

半価幅と硬さの傾向は同様で、最表面では位置7が約10となり最も大きな値を示した。この値は位置A,B,Cの順に低下し、Cにおける結果は表面および内部の領域でも他の試験片と比較して大きく低下する傾向を示した。なお、半価幅の増加した領域は約80 μ mであり、硬さ分布と比較するとやや浅い傾向を示した。

Fig. 7 (a) ~ (c) に、各位置における断面観察結果を示す。

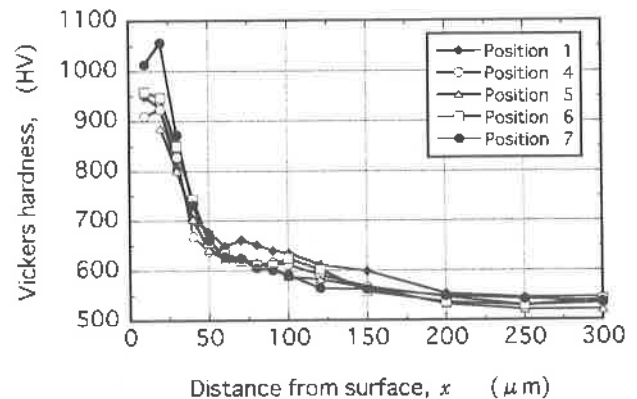


Fig. 5 Hardness distribution of die at each position

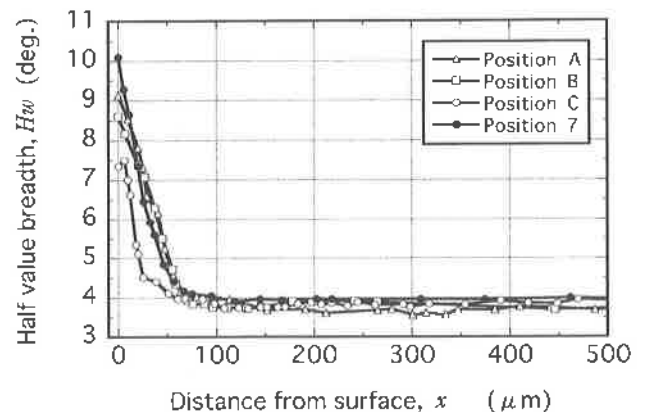
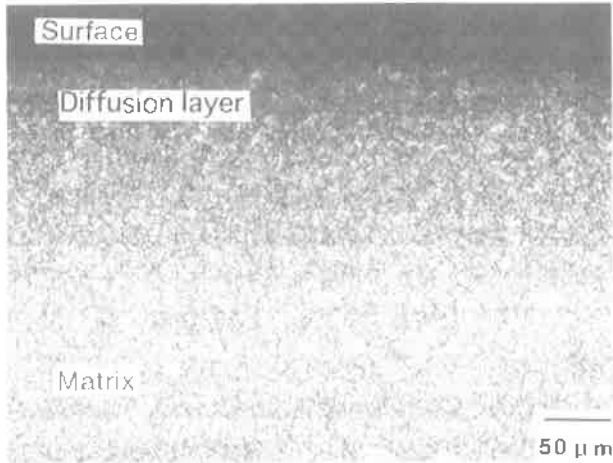


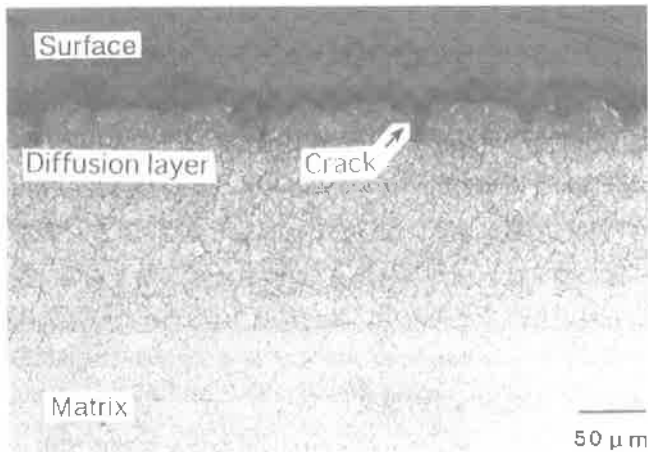
Fig. 6 Half-value breadth distribution of die at each position

(a) に示した位置 7 において、表面から約 $150\mu\text{m}$ の領域で黒色に観察される拡散層が認められ、残留応力および硬さ分布の結果との対応を示した。

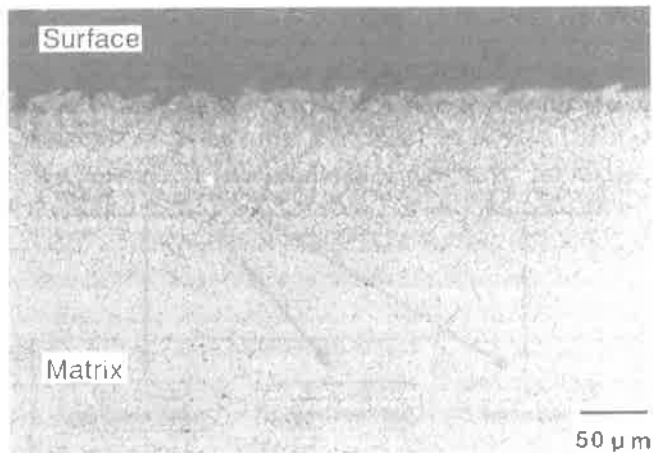
位置1および6の観察結果を (b) と (c) にそれぞれ示すが、位置1 (ランナー部) と位置6 (エアベント部) を比較すると、前者に大きなクラックの形成が認められた。



(a) Position 7



(b) Position 1



(c) Position 6

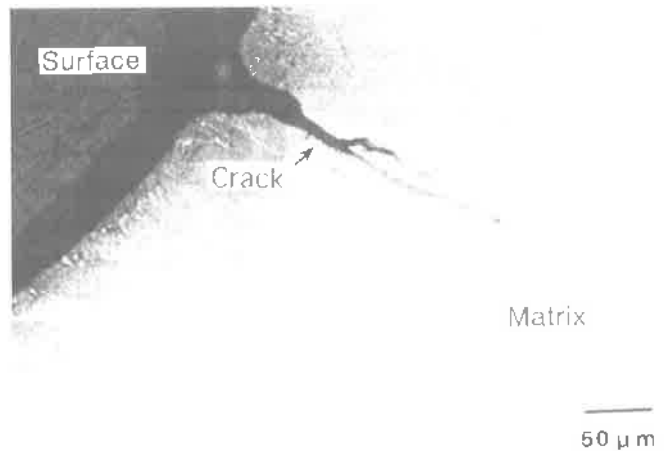
Fig 7 Microphotographic observation for the each position of the die

前述の残留応力の挙動において、特にランナー部では残留応力が著しく低下したが、この原因は、溶湯との接触による窒化処理層の分解に加え、熱応力に起因したクラックの発生により表面近傍の残留応力が開放された結果と考えられる。

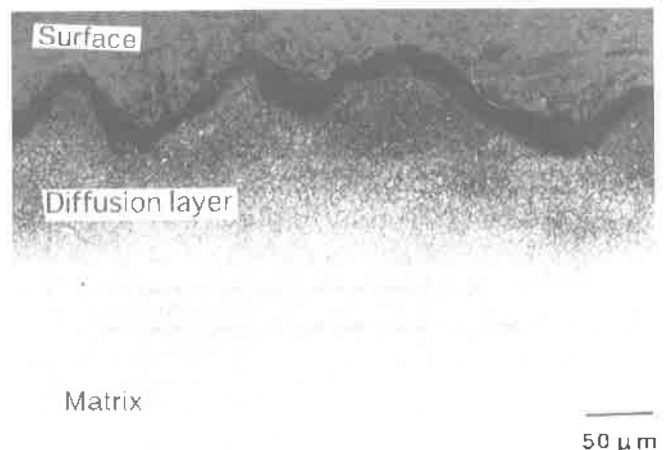
Fig. 8 (a), (b) に、断面観察によるキャビティ内のクラック形成状況を示す。(a) はキャビティ内の円周部、(b) はキャビティ内の突起部先端である。

キャビティの円周部 (a) では、長さ約 $250\mu\text{m}$ 、開口部約 $50\mu\text{m}$ のクラックが形成し、先端部 (b) では表面に発生したクラックが連結して表面が脱落し、大きくうねった状況が観察された。

このように、Fig. 7 で示したランナーおよびエアベント部とキャビティ部とはクラック発生状況が異なることが明らかとなった。よって、一般の金型においても測定位置により残留応力は異なる挙動を示すものと考えられる。したがって、X線応力測定法により、実際の金型を管理するためには窒化処理層の劣化状況と残留応力との関係を検討して測定位置を設定する必要があると考えられる。



(a) In a circular area



(b) At the projection area

Fig. 8 Microphotographic observation for the cavity of the die

本実験で測定した金型は、生産現場において製品品質検査と経験により再窒化処理の時期を判断して操業したが、前述のように金型表面の残留応力を測定することで窒化処理層における劣化の状況判断の可能性が示された。

よって、残留応力値の減少率により適切な時期を見極めて再窒化処理を施すと、さらに金型表面の品質を健全な状態に維持することが可能となり、クラックの発生および進展が抑制され長寿命化が実現可能と考えられる。

3-3 再窒化処理による表面層の挙動

Fig. 9 は、操業終了後の各金型のランナー部について、再窒化処理を行った際の表面における残留応力変化を示す。また、図中には操業前の残留応力値を併せて示した。

残留応力値の低下率は、前述のとおり湯流れの方向に沿って減少する傾向を示した。しかし、低下率の最も小さい位置 3 においても残留応力は約-280MPaであり、操業前の残留応力と比較し、約1/4の値である。

再窒化処理を施すと、全ての位置において残留応力は操業前の値とほぼ同じ水準まで回復し、再窒化処理による補修効果が明らかとなった。

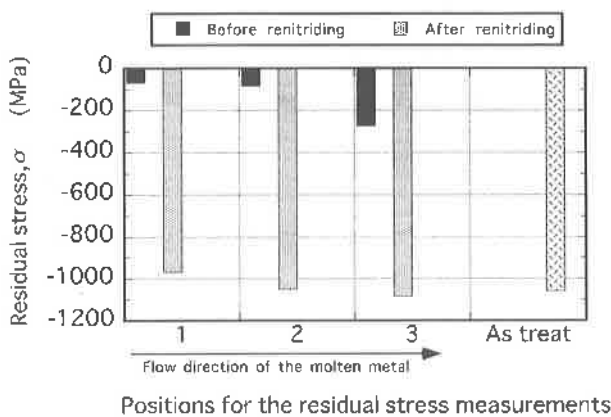


Fig. 9 Effect of re-nitriding for residual stress on the die surface

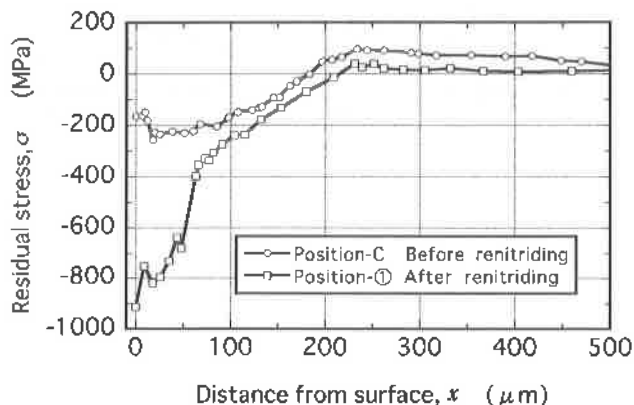


Fig.10 Effect of re-nitriding in the distribution curves of residual stress

Fig.10は、再窒化処理前後のランナー部における断面方向の残留応力分布を示す。処理後は位置①を、処理前は位置①と等価な位置Cを測定して比較を行った。

その結果、表面の結果と同様に、断面の圧縮残留応力は増加して操業前の状態に近い形態を示し、再窒化処理による効果が明らかとなった。

4. 考察

4-1 窒化処理層の劣化と測定値との関係

これまでの結果から明らかなように、窒化処理層の分解とクラック発生が主要因となり残留応力、半価幅および硬さは低下する。窒化処理層の分解に影響されてこれらの値は各々変化するが、クラックの発生により表面の残留応力が解放されても、窒化処理層の分解が生じないと結晶内の不均一ひずみ¹⁰⁾が残存するため、半価幅や硬さは大きく変化しないと考えられる (Fig.11)。

本実験において、金型の測定位置により大きな残留応力の低下が認められたが、硬さや半価幅の低下はわずかであった。このことは、これらの金型における劣化の主要因がクラック発生にあることを示している。

このように、複合窒化処理したダイカスト金型における残留応力や半価幅等、各測定値における変化の原因は、熱応力によるクラック発生および高温加熱による窒化処理層の分解の2つに大別できる。しかし、実際には両方の原因が相互に影響し合い、測定値を変化させるが、金型の操業状態や部位によりそのバランスが変化して各値に影響を及ぼしているものと考えられる。

4-2 再窒化処理の効果

前報で示したように、ショットピーニング処理を併用した再窒化処理(複合窒化処理)を施すと、表面近傍の劣化は初期に近い状態まで修復することが可能である。したが

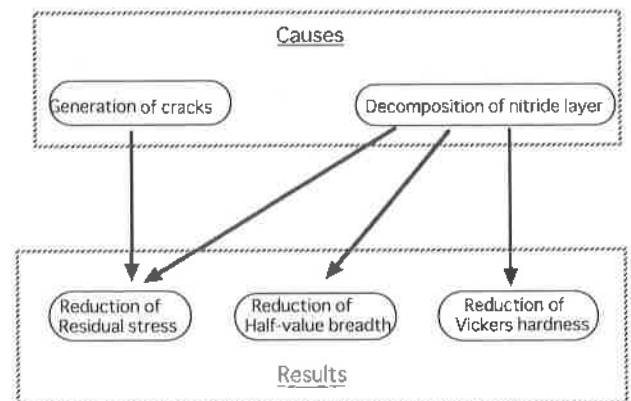


Fig.11 Relationship between causes of the damage and changes in the values

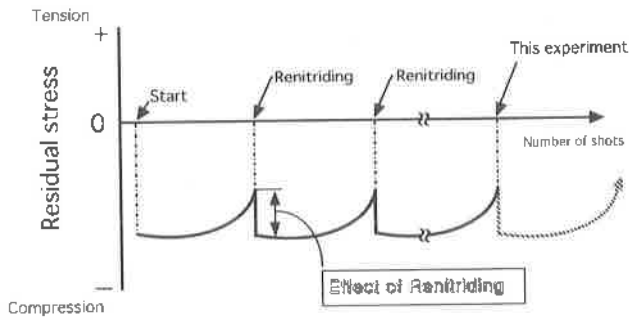


Fig.12 Chart model for the effect of reinitriding on the residual stress in the die casting operation

って、本実験で測定した金型は、Fig.12に示したような残留応力の履歴を経たと考えられ、今後も再窒化処理を施して操業を行うと、残留応力は図中における斜線を推移することが推察できる。このように、再窒化処理の繰り返しによりダイカスト金型の長寿命化が実現できると考えられるが、発生するクラックが内部深くまで進展した後ではクラックの除去深さに限界があり、クラックが残存するため、適切な時期を判断して再窒化処理を行う必要がある。本実験の結果、残留応力や半価幅の変化とクラックの発生状況や窒化処理層の分解挙動との極めて密接な関係が明確となり、再窒化処理を施す時期を判断する上で非常に重要な指標となることが明らかとなった。したがって、生産現場における金型管理にX線残留応力測定を加え、より適切な時期に再窒化処理を施すことが可能となると、ダイカスト金型のさらなる寿命向上が実現できると考えられる。

5. 結言

実際の金型における窒化処理層の劣化と、それにもなう残留応力および半価幅等の挙動の検討ならびに評価試験の検証を行う目的から、操業過程で複合窒化処理を繰り返し施した金型について残留応力等の測定を行った。また、金型の大きく劣化した部分を切断して再窒化処理を施し、その効果について検討した。以下にその結果を要約する。

- 1) アルミ溶湯が接触する位置では全て圧縮残留応力の低下が認められ、特にランナー内で大きく低下した。また、ランナー、ゲート、エアイベントと湯流れの方向に沿って残留応力の低下率が小さくなる傾向を示した。
- 2) 半価幅と硬さの傾向は同様で、最表面では溶湯と接触しない位置が最も大きな値を示した。この値は溶湯と接触しない位置A、エアイベント部の位置B、ランナー部の位置Cの順に低下し、位置Cでは表面および内部の領域でも大きく低下する傾向を示した。
- 3) 断面観察結果において、ランナー部とエアイベント部を比較すると、前者に大きなクラックの形成が認められた。
- 4) 金型のランナー部について再窒化処理後の表面における残留応力変化を測定したところ、再窒化前には残留応力値は大きく低下していたのに対し、再窒化後では残留応力は全ての位置において操業前の値とほぼ同じ水準まで回復し、再窒化処理の効果が明らかとなった。

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) 八代浩三他：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)
- 3) 八代浩三他：平成11年度山梨県工業技術センター研究報告，14,pp.18-26 (2000)
- 4) 日原政彦他：精密工学会誌，55 (10)，p.1869，(1989)
- 5) M. Hihara et al: Int. J. Japan Soc. Prec. Eng., 25 (3)，(1991)
- 6) 岩永省吾 他：材料，36 (405)，p.604，(1987)
- 7) 岩永省吾他：材料，36 (411)，p.1355，(1987)
- 8) 荻内利他：日本機械学会・精密工学会共催，山梨講演会講演論文集，p.131，(1998)
- 9) 八代浩三他：熱処理，38 (6)，p.340 (1998)
- 10) カリティ：X線回折要論，p.265，(1970)