

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4531448号  
(P4531448)

(45) 発行日 平成22年8月25日 (2010. 8. 25)

(24) 登録日 平成22年6月18日 (2010. 6. 18)

(51) Int. Cl.

F I

C 2 3 C 8/26 (2006. 01)

C 2 3 C 8/26

C 2 1 D 6/00 (2006. 01)

C 2 1 D 6/00 1 O 1 K

C 2 1 D 9/00 (2006. 01)

C 2 1 D 9/00 M

C 2 3 C 8/38 (2006. 01)

C 2 3 C 8/38

C 2 3 C 8/50 (2006. 01)

C 2 3 C 8/50

請求項の数 2 (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2004-168611 (P2004-168611)  
 (22) 出願日 平成16年6月7日 (2004. 6. 7)  
 (65) 公開番号 特開2005-344202 (P2005-344202A)  
 (43) 公開日 平成17年12月15日 (2005. 12. 15)  
 審査請求日 平成19年3月20日 (2007. 3. 20)

(73) 特許権者 000180070  
 山陽特殊製鋼株式会社  
 兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字 3 0 0 7  
 番地  
 (74) 代理人 100074790  
 弁理士 椎名 彊  
 (72) 発明者 横井 大円  
 兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字 3 0 0 7  
 番地 山陽特殊製鋼株式会社内

審査官 祢屋 健太郎

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 金型の窒化方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

合金工具鋼に窒化を施した金型において、表面に窒化を施した箇所と窒化を施していない箇所の $\alpha$ 相の(200)面、および/または(211)面からの回折角の差 $\delta 2\theta$ が $0.3^\circ$ 以上、および/または半価幅の差 $\delta W$ が $0.3^\circ$ 以上になるように、窒化処理に用いるガス比、塩浴組成比、処理温度、または処理時間を選定することを特徴とする金型の窒化方法。

【請求項 2】

請求項 1 記載の方法において、 $\alpha$ 相の(200)面、および/または(211)面からの回折角の差 $\delta 2\theta$ が $0.6^\circ$ 以上、および/または半価幅の差 $\delta W$ が $0.5^\circ$ 以上であることを特徴とする金型の窒化方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、金型用合金工具鋼の窒化方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

一般に金型用合金工具鋼を母材とする金型表面の高硬度化、圧縮残留応力および潤滑性の付与を目的として、この金型を窒化して使用される場合が多い。一方、窒化することによって、金型が大割れする危険性も高まるため、窒化を適切に施すことが必要であるが、

しかし、現在のところ経験的に行われている場合が多いのが実状である。その金型の硬化等による寿命延長を図るために、例えば特開平 10 - 287965 号公報（特許文献 1）には、耐ヒートクラック性に優れる熱間加工用金型を提供することを目的として、窒化層の拡散層中の C 量が、基地の C 量と比較して 80% 以上 100% 未満であり、さらに基地の硬さより高い硬化層の深さが 100  $\mu\text{m}$  以下からなる熱間加工用金型が提案されている。

#### 【0003】

また、高い耐ヒートチェック性を確保することを目的に、例えば特開 2000 - 334544 号公報（特許文献 2）には、母材硬さを 30 ~ 44 HRC、窒化層の硬さを 500 ~ 900 HV、窒化層の硬化深さを 80  $\mu\text{m}$  以下とし、かつ化合物層を形成しないこと特徴としたものが開示されている。また、高い耐摩耗性を付与することを目的として、特開 2001 - 73087 号公報（特許文献 3）には、窒化層の表面から 25  $\mu\text{m}$  内部での硬さが 1100 HV 以上であることを特徴としたものが開示されている。さらに、特開 2001 - 316795 号公報（特許文献 4）には、X 線を利用して、ガス浸硫窒化面における組成比が最適化できることが開示されている。

10

#### 【0004】

【特許文献 1】特開平 10 - 287965 号公報

【特許文献 2】特開 2000 - 334544 号公報

【特許文献 3】特開 2001 - 73087 号公報

【特許文献 4】特開 2001 - 316795 号公報

20

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

#### 【0005】

しかしながら、上述した特許文献 1 は、拡散層中の C 量および硬化深さに最適値があることを開示したものであるが、窒化の目的の一つである圧縮残留応力が適切に付与されているかを判断する指標については一切触れられていない。また、特許文献 2 は、特許文献 1 と同様に、窒化した金型では表層の圧縮残留応力が重要な役割を果たすが、その判断指標については一切触れられていない。また、特許文献 3 には、ヒートチェックを含めた耐割れ性を測る指標については一切触れられていない。さらに、特許文献 4 には、本発明で対象とした母材基地を X 線法を利用することによって最適化することについては一切触れられていない。

30

#### 【0006】

一方、窒化は安価で、かつ簡便な表面硬化法であり、金型にも幅広く適用されているが、熱間金型では耐ヒートクラック性の改善、冷間金型では耐割れ性の向上が必須となっている。これまでに窒化層の組織制御、硬さ分布の最適化が提案されてきたが、型材の種類、用途、使用条件によって最適範囲が異なるのが現状であり、最適範囲を経験的に模索しているのが現状である。

【課題を解決するための手段】

#### 【0007】

上述したような問題を解消するために、発明者らは鋭意研究を重ねた結果、一般的な X 線法を用い、窒化によって金型材の基地の X 線回折角、半価幅が変化することを利用して、ガス窒化、イオン窒化、塩浴室化などのいずれの手法においても最適な窒化を施すことができる窒化方法を提供するものである。つまり、金型材の基地の X 線回折角、半価幅が所定の値以上になるように窒化処理に用いるガスもしくは塩浴成分の種類、処理温度、処理時間を選定することにより、金型表面に圧縮残留応力を最適な範囲で生じさせることが可能である。この圧縮残留応力により金型表面でのヒートクラック、割れ発生が著しく抑制される。

40

#### 【0008】

その発明の要旨とするところは、

(1) 合金工具鋼に窒化を施した金型において、表面に窒化を施した箇所と窒化を施して

50

いない箇所の $\alpha$ 相の(200)面、および/または(211)面からの回折角の差 $\delta 2\theta$ が $0.3^\circ$ 以上、および/または半価幅の差 $\delta W$ が $0.3^\circ$ 以上になるように、窒化処理に用いるガス比、または塩浴組成比、処理温度、処理時間を選定することを特徴とする金型の窒化方法。

【0009】

(2)前記(1)記載の方法において、 $\alpha$ 相の(200)面、および/または(211)面からの回折角の差 $\delta 2\theta$ が $0.6^\circ$ 以上、および/または半価幅の差 $\delta W$ が $0.5^\circ$ 以上であることを特徴とする金型の窒化方法にある。

【発明の効果】

【0010】

以上述べたように、本発明により、金型表面への最適、かつ安定した窒化処理を施すことが可能となり、金型の長寿命を図ることができる優れた効果を奏するものである。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

以下、本発明について図面に従って詳細に説明する。

本発明に係る金型用合金工具鋼としては、JIS-SKD11などの冷間工具鋼やJIS-SKD61などの熱間工具鋼、更にはこれらのJIS鋼種に各種元素を添加し改良を加えた工具鋼について用いることができる。この金型用合金工具鋼の金型使用前の初期状態をX線回折法を利用して、窒化処理が施されている金型表面と窒化処理が施されていない箇所の $\alpha$ 相から得られる回折角と半価幅を測定した。図1は、X線回折による $\alpha$ -Fe(フェライト)と $\gamma$ -Fe(オーステナイト)のX線回折パターンの一例を示す図である。横軸に回折角( $2\theta$ 度)、縦軸に強度をとったとき、この図に示すように、ピーク値が $\alpha$ (200)、 $\gamma$ (220)、 $\alpha$ (211)、および $\gamma$ (311)の順に現れていることが判る。本発明では、この測定されたピーク値である $\alpha$ (200)面、(211)面を用いた。

【0012】

図2は、X線回折によるピーク値での回折角および半価幅を示す図である。ここで、回折角とは、材料にX線を当てると、材料特有の格子面でX線は回折し、図に示すように、X線回折パターンが得られる。このX線回折パターンによる最大ピーク高さが得られる角度を回折角という。また、このX線回折パターンによる最大ピーク高さの半分の位置でのピーク幅を半価幅(W)という。図3は、X線回折によるピーク値での回折角および半価幅の変化状態を示した図である。図3(a)は材料の内部状態によって、回折角がずれたりする状態を示している。また、図3(b)は材料の内部状態によって、半価幅が広がったりする状態を示している。

【0013】

上記したように、材料の内部状態によって回折角がずれたり半価幅が広がったりする。そこで、初期状態では、金型表面の $\alpha$ 相からの回折角は、窒化処理がされていない箇所よりも低角側に $1^\circ$ 以上移行し、半価幅が $0.8^\circ$ 以上広がっていることを確認した。また、金型を使用して、使用サイクル数の増加に伴い、窒化処理がされている金型表面と窒化処理がされていない箇所の $\alpha$ 相から得られる回折角と半価幅の差は小さくなる。具体的には、金型表面の $\alpha$ 相からの回折角が内部で得られる回折角よりも低角側に $0.3^\circ$ 以上移行し、半価幅が $0.3^\circ$ 以上広がるように、窒化処理に用いるガス比、塩浴組成比、処理温度、または処理時間を選定することにより、金型表面に適切な範囲の圧縮残留応力を付与するものである。

【0014】

$\alpha$ 相の(200)面、および/または(211)面から得られる回折角の差 $\delta 2\theta$ が $0.3^\circ$ 未満では、圧縮残留応力(MPa)値が目的とする圧縮残留応力値より低く、かつ表面から $30\mu\text{m}$ 位置の硬さ(HV)の値が得られないために、ヒートクラック発生までのサイクル数が少なくなるために、 $0.3^\circ$ 以上とした。また、半価幅の差 $\delta W$ が $0.3^\circ$ 未満では、回折角の差 $\delta 2\theta$ と同様に、圧縮残留応力(MPa)値が目的とする圧縮残

10

20

30

40

50

留応力値より低いために、ヒートクラック発生までのサイクル数が少なくなる。従って、 $0.3^\circ$ 以上とした。さらに好ましくは、回折角の差 $\delta 2\theta$ が $0.6^\circ$ 以上、および/または半価幅 $\delta W$ の差が $0.5^\circ$ 以上とする。

#### 【0015】

上述したように、 $\alpha$ 相の(200)面、および/または(211)面から得られる回折角の差 $\delta 2\theta$ および/または半価幅 $\delta W$ の差が、それぞれ $0.3^\circ$ になるように、窒化処理に用いるガス比、塩浴組成比、処理温度、または処理時間を選定するものであるが、その具体的な方法としては、例えば、ガス窒化処理に用いるガスは、アンモニアガスを含む窒化雰囲気ガスを用い、そのアンモニアガス含有量は20～60%とする。塩浴組成比としては、シアン酸塩の含有量を30～60%とする。また、処理温度としては、450～600の範囲で行ない、処理時間としては、5～30時間、二次窒化としては、窒化雰囲気ガスを200～450の範囲で選択する所定の温度で、処理時間としては、0.5～5時間の範囲で行う。

#### 【実施例】

#### 【0017】

##### (実施例1)

以下、本発明について実施例によって具体的に説明する。

金型鋼(SKD61相当)の素材を1t真空誘導溶解炉にて溶製し、得られた鋼塊を $\phi 100\text{ mm}$ に鍛造した後、焼鈍を行ない供試材とした。供試材は1030 から焼入れ後、550～650の各温度で焼もどし処理を繰り返し2回行った。窒化はプラズマ窒化により、500～600の処理温度で、1～10h保持した。ヒートチェック試験は、 $\phi 60 \times 60\text{ mm}$ の試験片を用い、600に加熱後、20の水で室温まで急速冷却することにより、熱サイクルを繰り返し与えた。200サイクル毎にヒートクラック発生の有無を確認した。その結果を表1に示す。

#### 【0018】

#### 【表1】

表 1

| No | 母材硬さ<br>(HRC) | 回折角<br>の差 $\delta 2\theta$ | 半価幅<br>の差 $\delta W$ | 硬化深さ<br>( $\mu\text{m}$ ) | 圧縮残留<br>応力<br>(MPa) | 表面から30 $\mu\text{m}$<br>位置の硬さ<br>(HV) | 化合物層<br>( $\mu\text{m}$ ) | ヒートクラック<br>発生までのサイ<br>クル数 (回) | 備<br>考           |
|----|---------------|----------------------------|----------------------|---------------------------|---------------------|---------------------------------------|---------------------------|-------------------------------|------------------|
| 1  | 50            | 0.5                        | 0.8                  | 350                       | 1400                | 880                                   | 5                         | 5600                          | 本<br>発<br>明<br>例 |
| 2  | 47            | 1.0                        | 0.8                  | 400                       | 1600                | 950                                   | 0                         | 7000                          |                  |
| 3  | 53            | 0.8                        | 0.5                  | 250                       | 1300                | 850                                   | 3                         | 6200                          |                  |
| 4  | 46            | 0.4                        | 0.4                  | 100                       | 1200                | 790                                   | 3                         | 5800                          |                  |
| 5  | 49            | <u>0.2</u>                 | 0.7                  | 200                       | 980                 | 720                                   | 0                         | 4300                          | 比<br>較<br>例      |
| 6  | 45            | 0.6                        | <u>0.2</u>           | 400                       | 1000                | 820                                   | 1                         | 4700                          |                  |
| 7  | 54            | <u>0.1</u>                 | <u>0.2</u>           | 100                       | 920                 | 680                                   | 2                         | 3800                          |                  |

注) アンダーラインは本発明条件外

#### 【0019】

表1に示すように、No. 1～4は本発明例であり、No. 5～7は比較例である。比較例No. 5は回折角の差 $\delta 2\theta$ の値が0.2と小さいために、圧縮残留応力が低く、かつ表面から30 $\mu\text{m}$ 位置の硬さは低く、ヒートクラック発生までのサイクル数が少ない。比較例No. 6は半価幅の差 $\delta W$ の値が0.2と小さいために、圧縮残留応力が低く、かつヒートクラック発生までのサイクル数が少ない。比較例No. 7は回折角の差 $\delta 2\theta$ の値が0.1と低く、かつ、半価幅の差 $\delta W$ の値が0.2と小さいために、圧縮残留応力が低く、かつ表面から30 $\mu\text{m}$ 位置の硬さは低く、ヒートクラック発生までのサイクル数が

少ないことが分かる。これに対し、本発明例 No. 1 ~ 4 はいずれの性能も優れていることが分かる。

# 【 0 0 2 0 】

## ( 実施例 2 )

次に、金型鋼 ( S K D 1 1 相当 ) の素材を 1 t 真空誘導溶解炉にて溶製し、得られた鋼塊を  $\phi 100$  mm に鍛造した後、焼鈍を行ない供試材とした。供試材は 1030 から焼入れ後、450 ~ 550 の各温度で焼もどし処理を繰り返し 2 回行った。窒化はプラズマ窒化により、400 ~ 520 の処理温度で、1 ~ 10 h 保持した。疲労試験は、平行部  $\phi 6 \times 10$  mm の回転曲げ試験片を用い、 $10^6$  回で割れが生じない応力で評価した。その結果を表 2 に示す。

10

# 【 0 0 2 1 】

## 【表 2】

表 2

| No | 母材硬さ (HRC) | 回折角の差 $\delta 2\theta$ | 半価幅の差 $\delta W$ | 硬化深さ ( $\mu\text{m}$ ) | 圧縮残留応力 (MPa) | 表面から $30 \mu\text{m}$ 位置の硬さ (HV) | 化合物層 ( $\mu\text{m}$ ) | $10^6$ (回) で割れが生じない応力 (MPa) | 備考   |
|----|------------|------------------------|------------------|------------------------|--------------|----------------------------------|------------------------|-----------------------------|------|
| 8  | 60         | 0.4                    | 0.5              | 40                     | 1400         | 780                              | 0                      | 1100                        | 本発明例 |
| 9  | 58         | 1.0                    | 0.8              | 60                     | 1500         | 880                              | 0                      | 1050                        |      |
| 10 | 57         | 0.8                    | 0.5              | 50                     | 1600         | 830                              | 0                      | 1080                        |      |
| 11 | 61         | 0.4                    | 0.4              | 40                     | 1300         | 960                              | 0                      | 1120                        |      |
| 12 | 59         | 0.2                    | 0.7              | 30                     | 990          | 870                              | 0                      | 980                         | 比較例  |
| 13 | 57         | 0.6                    | 0.2              | 35                     | 1050         | 820                              | 0                      | 970                         |      |
| 14 | 60         | 0.1                    | 0.2              | 45                     | 970          | 780                              | 0                      | 950                         |      |

20

注) アンダーラインは本発明条件外

# 【 0 0 2 2 】

表 2 に示すように、No. 8 ~ 11 は本発明例であり、No. 12 ~ 14 は比較例である。比較例 No. 12 は回折角の差  $\delta 2\theta$  の値が 0.2 と小さいために、圧縮残留応力が低く、かつ  $10^6$  回で割れが生じない応力値が小さい。比較例 No. 13 は半価幅の差  $\delta W$  の値が 0.2 と小さいために、圧縮残留応力が低く、かつ  $10^6$  回で割れが生じない応力値が小さい。比較例 No. 14 は回折角の差  $\delta 2\theta$  の値が 0.1 と低く、かつ、半価幅の差  $\delta W$  の値が 0.2 と小さいために、圧縮残留応力が低く、かつ  $10^6$  回で割れが生じない応力値が小さい。これに対し、本発明例 No. 8 ~ 11 はいずれの性能も優れていることが分かる。

30

## 【図面の簡単な説明】

# 【 0 0 2 3 】

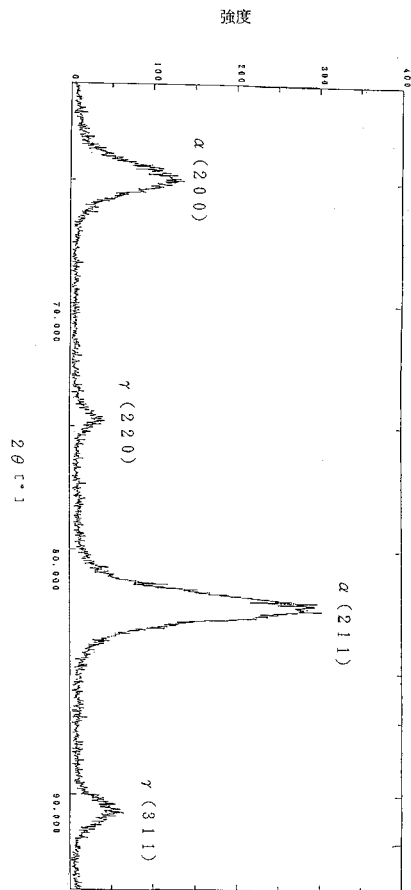
【図 1】X 線回折による  $\alpha$ -Fe (フェライト) と  $\gamma$ -Fe (オーステナイト) の X 線回折パターンの一例を示す図である。

40

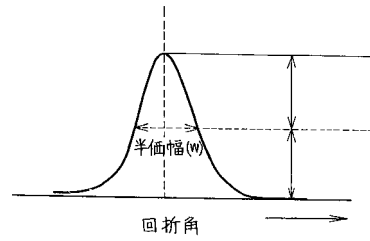
【図 2】X 線回折によるピーク値での回折角および半価幅を示す図である。

【図 3】X 線回折によるピーク値での回折角および半価幅の変化状態を示した図である。

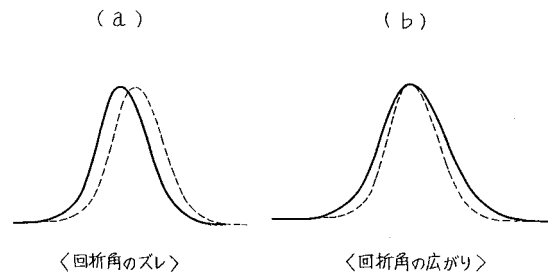
【図 1】



【図 2】



【図 3】



---

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
G 0 1 N 23/20 (2006.01) G 0 1 N 23/20

(56)参考文献 特許第3396219(JP, B2)  
特開平11-281595(JP, A)  
特開2000-304710(JP, A)  
特開昭62-251525(JP, A)  
特開2002-038251(JP, A)  
特開平07-300662(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
C 2 3 C 8 / 0 0 - 1 2 / 0 2  
C 2 1 D 6 / 0 0  
C 2 1 D 9 / 0 0  
G 0 1 N 2 3 / 2 0