

平成 2 1 年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「低温窒化処理との複合技術による  
高張力鋼板用金型の長寿命化技術の開発」

研究開発成果等報告書

平成 2 2 年 3 月

委託者： 九州経済産業局

委託先： 財団法人飯塚研究開発機構

## 目 次

第1章 研究開発の概要	
1-1 研究開発の背景・研究目的および目標	1
1-2 研究体制	4
1-2-1 研究組織及び管理体制	4
1-2-2 研究員	5
1-2-3 協力者	5
1-3 成果概要	5
1-3-1 三次元制御型ハイブリッドショット処理システムの確立	5
1-3-2 窒化膜の高均質化に伴う低温窒化炉の試作・開発	5
1-3-3 シミュレーションにより最適な表面処理条件を設定	6
1-3-4 複合表面処理による金型長寿命化の評価	6
1-4 当該プロジェクト連絡窓口	6
第2章 本論	
2-1 三次元制御型ハイブリッドショット処理システムの確立	7
2-1-1 目的と目標	7
2-1-2 研究内容	7
2-1-3 研究成果のまとめ	9
2-2 窒化膜の高均質化に伴う低温窒化炉の試作・開発	10
2-2-1 目的と目標	10
2-2-2 研究内容	10
2-2-3 研究成果のまとめ	12
2-3 シミュレーションにより最適な表面処理条件を設定	13
2-3-1 目的と目標	13
2-3-2 研究内容	13
2-3-3 研究成果のまとめ	14
2-4 複合表面処理による金型長寿命化の評価	14
2-4-1 目的と目標	14
2-4-2 研究内容	14
2-4-3 研究成果のまとめ	17
第3章 全体総括	
3-1 研究開発成果	19
3-2 研究開発後の課題と事業化展開	19

# 第 1 章 研究開発の概要

## 1-1 研究開発の背景・研究目的および目標

最近、CO<sub>2</sub>排出削減等の地球環境問題の観点から、燃費、排ガスの規制が強化され、さらに、事故被害軽減の観点から衝突安全性基準が強化されている。自動車産業では、環境と安全への取り組みが最重要課題であり、このような背景から、自動車用部品には、軽量化と安全性（高強度化）の機能が要求されている。これらの要求を満たす素材の一つとして、薄くても普通鋼板と同じ強度を得ることが可能な高張力鋼板（ハイテン）が注目されており、自動車部品への適用が増加傾向にある。今後もさらにその使用率が上がると予測されている（図1-1）。

しかし、ステンレス鋼を含む高張力鋼板は、加工が難しく、複雑形状にプレス成形した場合には、川下企業であるプレス成形メーカーにおいて、1) 面歪み（しわ）、2) 型かじり（焼付き）、3) 金型摩耗の増加、4) 金型修正の増加、の解決が大きな課題となっている。1) および 2) はプレス成形性、3) および 4) は、金型寿命に関するものである。

プレス成形メーカーでは、現在、プレス不具合の増加と、金型修正頻度の増加、および、金型寿命の低下によるコスト上昇が、解決すべき大きな問題点となっている。これらのプレス成形時の問題は、高張力鋼板の成形性不足と、鋼板と金型との摩擦・摩耗に起因する。

以上の対策として、高張力鋼板を複雑形状にプレス成形で量産する場合、TiCを用いたCVDなどの表面処理が行なわれている。しかし、成形品の不具合に直結する以下のような問題は未解決のままである。

- 押付荷重増加 → 型かじり（焼付き）  
→ 表面皮膜のクラック・剥離（砂・鉄粉等の異物混入）
- 高温熱処理による寸法変化・歪み（TiC熱処理温度：1,000℃） → 金型精度の低下

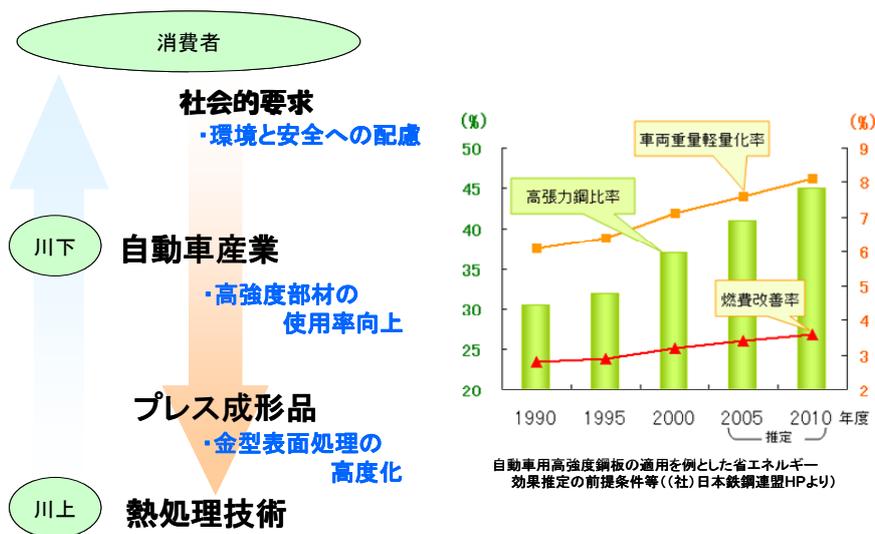


図 1-1 研究開発の社会的背景

したがって、CVD などの表面処理に変わる皮膜剥離フリーで熱処理における歪みの小さい、新たな金型長寿命化技術の開発が強く求められている。

以上の背景により、我々は、エジソン熱処理（株）が行っている「低温窒化処理技術」と、九州大学の技術シーズである「ショット処理による表面テクスチャー制御」について共同で研究することにより、プレス成形におけるこれらの問題を解決することを目的として研究開発を実施した。

研究の視点は、図 1-2 に示すように、CVD などの表面処理で生じる剥離と熱歪みの問題を解決できる、ショット処理を用いた金型表面のテクスチャー制御による潤滑性の向上と、低温窒化処理による硬度増加と熱歪み低減を融合する新たな技術である。

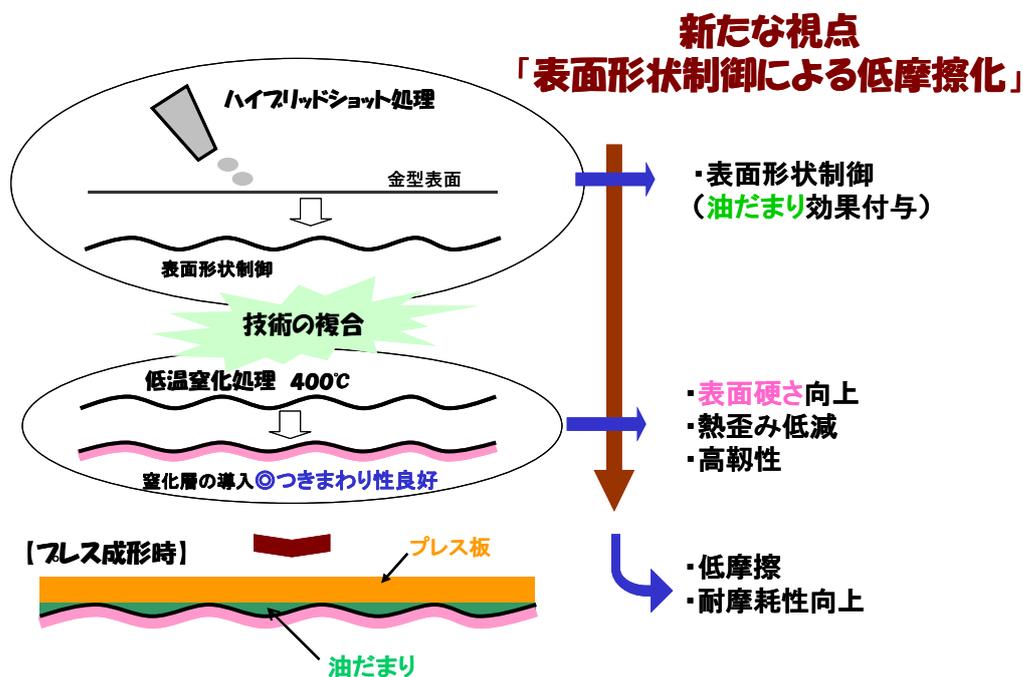


図 1-2 新技術の概要

本研究開発で活用する技術は、「三次元制御ハイブリッドショット処理技術」と「低温窒化処理技術：エジソンハード処理（EH 処理）」の二つの独自技術であり、これらを高度化し、新たな技術として融合させ、高張力鋼板等のプレス成形に耐えうる金型の表面硬度を確保しつつ、良好なトライボロジー効果による型かじりの防止、耐摩耗性の向上、さらには、歪み低減や靱性低下の抑制を指向した。

三次元制御ハイブリッドショット処理技術は、表面テクスチャー（三次元形状）を制御するために、多段階のショットピーニング処理を行うもので、九州大学の独自技術である。一方、EH 処理技術は、エジソン熱処理（株）が保有する独自技術で、 $\text{CaCN}_2$  を主成分とする石灰窒素粉を利用して窒化処理を行うことから、比較的低温（約  $500^\circ\text{C}$  以下）での窒化処理が可能であり、剥離がないこと、つきまわり性に優れているのが大きな特徴である。これらの技術に関しては類似特許が散見されるが、EH 処理はすでに権

利化されている(第 2693382 号「複合拡散窒化方法及び装置並びに窒化物の生産方法」)。また、ショットピーニング処理において、表面形状を積極的に制御しようとする三次元制御型ハイブリッドショット処理技術も特許出願済みである(出願番号 特願 2008-122689 「金型並びに金型の製造方法」)。本研究開発で確立を目指した表面形状テクスチャーを、新たな定量化手法により制御する処理と、低温処理による熱歪みの低減と靱性の向上を目指した低温窒化処理技術とを融合させた技術は、新規なものである。

本プロジェクトの最終目標値を図 1-3 に示すが、この目標を達成するために、以下のサブテーマを設定し研究開発を実施した。

サブテーマ 1 : 三次元制御型ハイブリッドショット処理システムの確立

サブテーマ 2 : 窒化膜の高均質化に伴う低温窒化炉の試作・開発

サブテーマ 3 : シミュレーションにより最適な表面処理条件を設定

サブテーマ 4 : 複合表面処理による金型長寿命化の評価

i) 処理コスト: 約 1/2 **処理コストの低減**

3,500円/kg(CVD処理費) ⇒ 2,000円

ii) 金型寿命: 2倍

20万回(現状) ⇒ 40万回

**金型寿命の向上**

iii) 金型メンテナンス頻度: 1/4

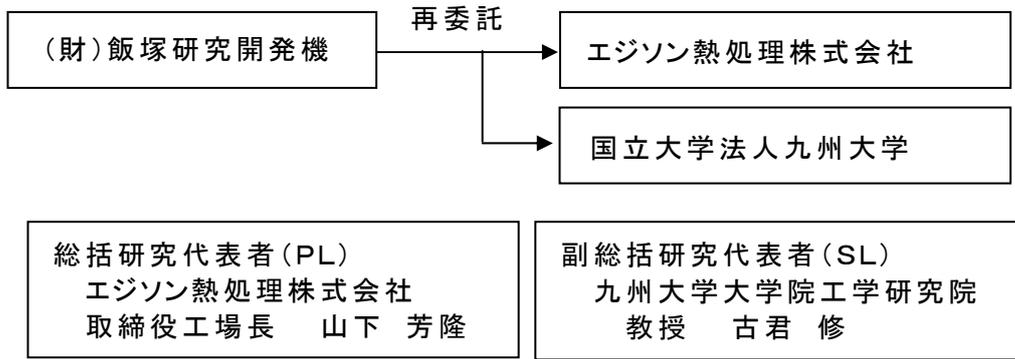
2回/年(現状) ⇒ 1回/2年

図 1-3 本研究開発の目標値

1-2 研究体制

1-2-1 研究組織および管理体制

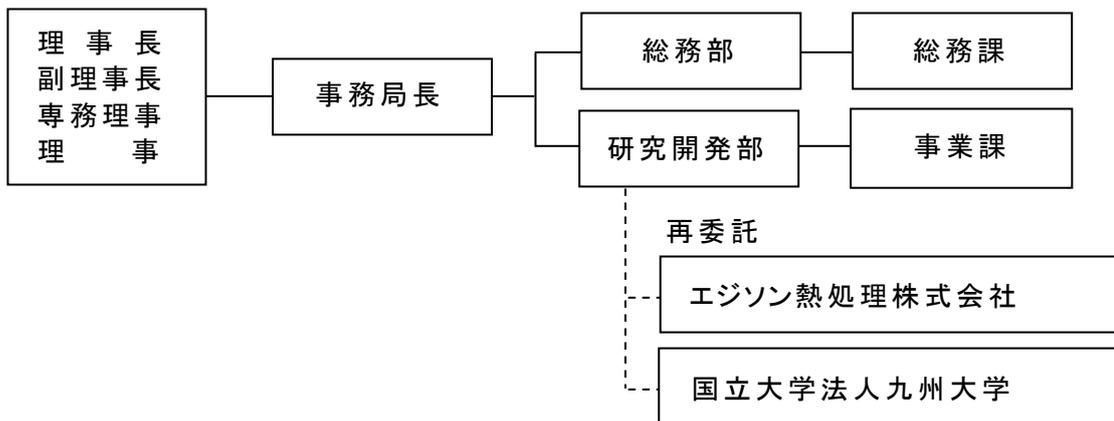
1-2-1-1 研究組織



1-2-1-2 管理体制

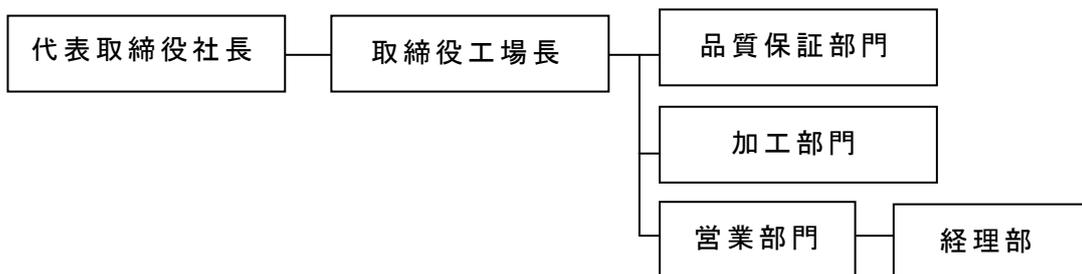
①事業管理者

財団法人飯塚研究開発機構

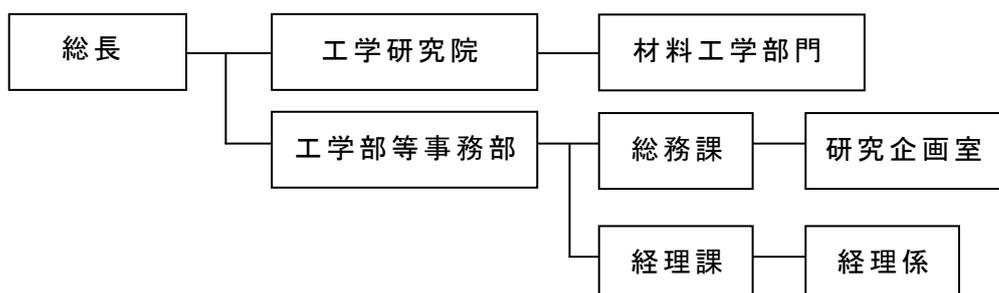


②(再委託先)

エジソン熱処理株式会社



国立大学法人九州大学



## 1-2-2 研究員

### エジソン熱処理株式会社

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
山下 芳隆	取締役工場長	①、②、③、④
安部 達也	品質保証部門 主任	①、②、③、④
川口 かほり	加工部門	①、②、③、④
西田 裕蔵	加工部門 EH 担当	②、③

### 国立大学法人九州大学

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
古君 修	工学研究院 教授	①、②、③、④
荒牧 正俊	工学研究院 助教	①、②、③、④

## 1-2-3 協力者

### 外部推進委員

氏名	所属・役職	備考
楠根 浩二	トヨタ自動車九州(株) 車体部 次長	アドバイザー
高木 節雄	九州大学大学院工学研究院 教授	アドバイザー
大塚 武彦	松野プレス工業(株) 社長室付	アドバイザー
小林 正己	イシバシテック(株) 九州工場長 兼 統括部長	アドバイザー
多田 憲生	(株)岐阜多田精機 営業部 部長	アドバイザー

## 1-3 成果概要

### 1-3-1 三次元制御型ハイブリッドショット処理システムの確立

金型の長寿命化およびメンテナンス頻度の低減を図るため、摺動特性向上に有効な油だまり効果を得るショット条件を明確化した。また、従来の面粗度が変わる指標として、フーリエ変換（FFT 解析）による表面テクスチャーの定量化技術を確立し、これらの技術により、表面テクスチャーの制御技術を確立した。

### 1-3-2 窒化膜の高均質化に伴う低温窒化炉の試作・開発

低コスト化の観点から、窒化炉の改造を行い、得られたデータを基に、さらに冷却時間の短縮が図れる新型窒化炉の設計・開発を行った。この新型窒化炉の導入で、冷却時間の短縮により低コスト化を実現した。また、この新型窒化炉において、高均質な窒化層形成（均一な窒化層形成、耐摩耗性が十分な表面硬度、熱歪みの低減、良好な靱性）を得ることができ、最適な窒化処理プロセス条件を確立した。

### 1-3-3 シミュレーションにより最適な表面処理条件を設定

窒化処理の冷却時間短縮による低コスト化を図るうえで、冷却速度の熱歪みへの影響を懸念し、窒化処理が熱歪みに影響を及ぼす因子を明確にして、熱歪みシミュレーションの基本仕様を確立させた。実際に、熱歪み測定を行った結果、冷却速度は熱歪みに影響を及ぼさないことが明らかとなり、熱歪みシミュレーションを適用することなく、高品質な窒化層形成が実現でき、最適プロセス処理条件を確立した。

### 1-3-4 複合表面処理による金型長寿命化の評価

金型の長寿命化効果を実証するため、評価用金型を用いて複合表面処理の有効性を明らかにし、油だまり効果と耐摩耗性向上による金型寿命の向上という我々のコンセプトが正しいことを証明することができた。また、金型の寿命を効率的に評価できる設計とした量産用金型を用いたプレス成形実験系を確立し、これを用いて、複合表面処理および、TiC処理の成形限界を見極めることができた。さらに、理想的な環境下では、複合表面処理の成形限界はTiC処理の1/3であったが、ユーザーで問題となっている外的要因（砂ぼこりや成形カス等の混入）が予想される現場環境下においては、複合表面処理の優位性が明らかとなった。

## 1-4 当該プロジェクト連絡窓口

財団法人飯塚研究開発機構 研究開発部

TEL: 0948-26-1606 FAX: 0948-21-2150

E-mail: kanegae@cird.or.jp

## 第2章 本論

### 2-1 三次元制御型ハイブリッド処理システムの確立

#### 2-1-1 目的と目標

金型の長寿命化およびメンテナンス頻度の低減を図るため、摺動特性向上に有効な油だまり効果を示す表面テクスチャーを形成できるショット処理条件（ショット材質・粒径、投射圧力・時間等）の確立を行う。また、得られた表面テクスチャーについて、摺動試験を行い、ゴーリング発生荷重との相関を示す指標の確立を、従来の面粗度およびフーリエ変換（FFT 解析）を利用した新たな指標について検討を行い、これを確立する。

目標値： ・表面面粗度： $Ra = 3 \pm 0.5 \mu m$ 、 $Rz = 25 \pm 2 \mu m$   
・スペクトル振幅比：50%以下

#### 2-1-2 研究内容

##### 1) ショット処理条件の確立

摺動特性の向上に有効な油だまり効果を得るためのショット処理条件を明確にするため、異なる数種の投射材を選択し、ショット処理を施すための投射圧や投射時間等について検討を行った。

種々検討した結果、0.2MPa の投射圧で、適切な距離と時間によるショット処理にて、良好な表面テクスチャーが形成されることを確認した。さらに、異なる材質の試験片を用いて、1種類の投射材でショット処理を行う1段ショット（SS処理）と、2種類の投射材を組み合わせて行う2段ショット（HS処理）の29通りのショット処理を施し、それぞれの表面テクスチャーをデジタル顕微鏡にて観察した。

その結果、様々な表面凹凸を示すテクスチャーが得られた。これらの表面テクスチャーによる油だまり効果が、摺動特性に及ぼす影響を検討するために、ドロワービード摺動試験（摺動試験）を実施し、摩擦係数とゴーリング発生荷重を調べた。この摺動試験において、2,800kgf のゴーリング発生荷重と低摩擦係数を示し、最も良好な摺動特性を有することが判明した No.26 の HS 処理を標準のショット処理条件として確立することができた。一方、SS 処理においては、No.10 の条件が、SKD11 において良好な摺動特性を示すことが判ったが、異なる金型材においては同様の結果は得られず、汎用性に劣ることから実用化は困難と判断した。

なお、表面テクスチャーの評価指標において、従来の面粗度評価法である  $Ra$ 、 $Rz$  では、摺動特性との相関を得ることができなかつたため、油だまり効果が顕著となる表面テクスチャーへの適用は不可能であることが分かった。このことから、面粗度評価指標に変わる表面テクスチャーの評価指標が必要となった。

##### 2) 三次元表面テクスチャーの評価指標の確立

ショット処理により形成される表面テクスチャーの評価指標として、一般に用いられている面粗度の適用は不可能であったことから、これに変わる新たな評価指標の確立を試みた。

レーザー顕微鏡を用いて表面テクスチャーの三次元測定を行い、式(1)によりFFT解析し、得られたデータからスペクトル振幅を算出した。FFT解析とは、表面の高低差を周期関数とみなし、単純な三角関数の重ね合わせより分解して表現する解析手法で、これを二次元に拡張することで、表面テクスチャーを数値化した。良好な摺動特性を示した標準ショット処理条件と No.25 (摺動特性に劣る SS 処理) について、FFT 解析を行った結果を図 2-1 に示す。

$$F(t) = \int_{-\infty}^{\infty} f(x) e^{-2\pi \cdot xt} dx \quad (1)$$

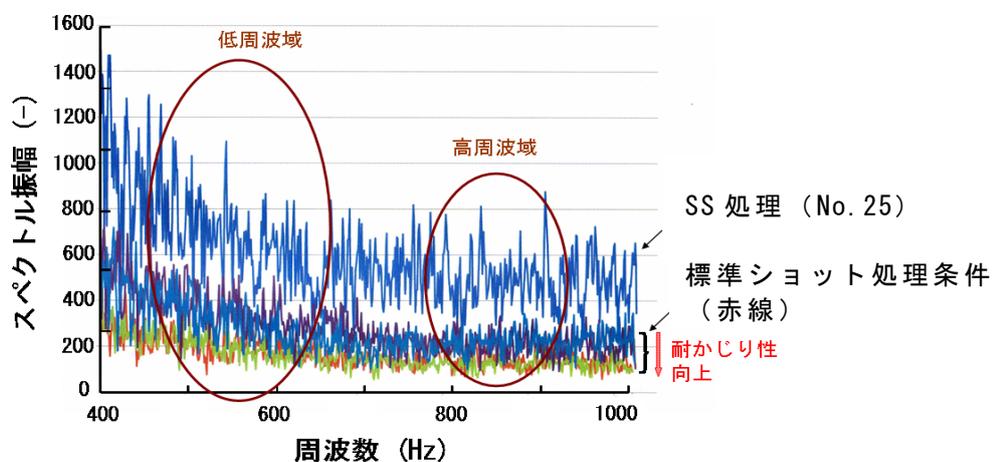


図 2-1 SS 処理および HS 処理条件の違いによるスペクトル振幅の変化

図 2-1 で示されるように、SS 処理 (No.25) に比べ標準ショット処理条件では、スペクトル振幅が小さくなることが判った。さらに、摺動試験の結果からこの傾向にあるものはゴーリング発生荷重が高く、良好な摺動特性を示すことを見出した。したがって、スペクトル振幅が小さい表面テクスチャーは、効果的な油だまりを形成し、これにより優れた摺動性を発揮することが明らかとなった。そこで、式(2)を用いてスペクトル振幅比を算出し、摺動試験から得られたゴーリング発生荷重との相関関係について検討を行った。

$$\text{スペクトル振幅比} = \frac{\text{低周波数(200~400Hz)での平均振幅}}{\text{高周波数(800~1000Hz)での平均振幅}} - 1 \quad (2)$$

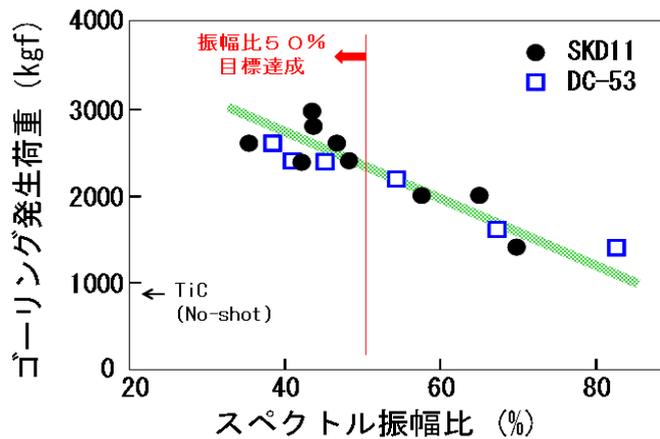


図 2-2 スペクトル振幅比とゴーリング発生荷重による表面評価指標

式 (2) で算出したスペクトル振幅比と、ゴーリング発生荷重との関係をグラフにすると、ほぼ直線関係にあり (図 2-2)、両者に良好な相関があることを見出した。また、標準ショット処理条件で得られる表面テクスチャーのスペクトル振幅比は 42% となった。良好な摺動特性を有する処理の表面テクスチャーは全て、そのスペクトル振幅比が 50% 以下であることを見出すことができ、この指標による評価の有効性を明らかにした。

### 3) 金型の寿命向上を目指した HS 処理技術の確立

大きな面圧がかかるプレス成形では、金型の表面凹凸が摩擦抵抗を増大させる要因である可能性が示唆された。そこで、摩擦抵抗を小さくするために、表面の高低差を抑えたテクスチャーを形成できる HS 処理技術の確立を目指した。結果、ショット粒を変更することで、標準ショット処理条件の表面凹凸を基準として、高低差を約 1/4 とした No.30、約 2/5 とした No.31、約 3/5 とした No.32 の処理を見出し、表面の高低差を制御できるショット処理技術を確立することができた。これら 3 種について摺動試験を実施したところ、摩擦抵抗は低い値を示すことが明らかとなった。また、ゴーリング発生荷重も 3,500kgf と、これまで検討を行ったショット条件の中で最も高い値を示し、摺動特性の向上が認められた。これは、表面凹凸を抑えた効果と判断できるが、高低差を 1/4 にしても、摺動特性に与える効果は 3/5 の場合と同様であったことから、有効な油だまり効果を発揮するためには、ある程度の高低差は不可欠であることが示唆された。以上の結果から、新たに確立した表面高低差を抑えるショット処理は、標準ショット処理よりもさらに、金型の寿命向上効果が期待できると判断できる。

### 2-1-3 研究成果のまとめ

金型の長寿命化およびメンテナンス頻度の低減を図るため、摺動特性の向上に有効な油だまり効果を得るためのショット処理条件の確立を行った。その結果、No.26 の HS 処理を標準ショット処理条件として確立することができた。また、この処理により形成される表面テクスチャーは、良好な摺動特性 (高ゴーリング発生荷重、低摩擦係数) を示すことを明らかにした。さらに、表面の高低差を制御できるショット処理技術についても確立することができ、標準ショット処理よりさらに摺動特性の向上を図ることができた。

一方、得られた表面テクスチャーの定量的評価指標として、新たに、フーリエ変換による「スペクトル振幅比」を見出すことができた。実際に、良好な摺動特性を有する処理の表面テクスチャーは、スペクトル振幅比が 50%以下となり、この指標による評価の有効性を明らかにすることができ、指標の確立を行った。

## 2-2 窒化膜の高均質化に伴う低温窒化炉の試作・開発

### 2-2-1 目的と目標

複合表面処理技術の実用化を目指して、HS 処理材に適用できる低コストで高品質な窒化層形成が可能な窒化処理条件の確立を行う。また、窒化処理の低コスト化を図るために、新たに低温窒化炉の開発を行う。

技術的目標値      硬さ：1500HV 以上  
窒化層のバラツキ：10 $\mu$ m 以内  
靱性：圧痕割れ率 0%

### 2-2-2 研究内容

#### 1) 窒化処理条件の確立

複合表面処理技術の実用化を目指すうえで、HS 処理材に適用できる高品質な窒化層形成が重要となる。高品質な窒化層を形成する窒化処理条件を確立するために、まず、標準のショット処理を施した試験片（材質：SKD11）を用い、種々の処理温度（ $T_L$ 、 $T_S$ 、 $T_H$ ）、処理時間（ $t$ ）で窒化処理を行い、窒化層の形成を既存の窒化炉にて確認した。なお、処理温度は、500 $^{\circ}$ C以下を低温窒化と定義していたため、全て 500 $^{\circ}$ C以下である。また、処理時間は、通常実施している窒化処理時間を参考に決定した。結果、処理温度： $T_S$ で窒化処理を行った場合が最も優れた窒化層が形成され、標準窒化処理条件とした。

標準窒化処理条件で得られた窒化層について、表面硬度、窒化層深さ、靱性の観点から評価を行った。表面硬さは、微小硬さ試験機（ビッカース硬度計、荷重 25g）で測定したところ、通常の処理とほぼ同等の硬度である 1,500HV が得られ、十分な耐摩耗性を保持していることが示唆された。

つぎに、窒化層深さに関しては、微小硬さ試験機（ビッカース硬度計、荷重 50g）を用いた断面硬度の測定から得られたデータと、断面の組織観察結果から得られたデータとはほぼ一致した。その深さは約 80 $\mu$ m であり、均一な窒化層が形成されていることが明らかとなった。

さらに、靱性について調べた。靱性はロックウェル硬さ試験機の荷重を様々に変え、硬さ測定試験と同様に測定を行い、ダイヤモンド測定圧子が残すキズ（圧痕）外周の割れから判断する独自の評価方法である。その結果、標準の窒化処理条件で形成される窒化層は、圧痕割れが発生せず（圧痕割れ率 0%）、良好な靱性を示すことが明らかとなった。

以上の結果から、標準窒化処理条件で得られる窒化層は、十分な硬度と窒化層深さ、良好な靱性を兼ね備えた高品質な窒化層であると結論づけられた。したがって、この標準窒化処理条件を、高品質な窒化層形成を可能にする窒化処理条件として決定し、これと標準ショット処理条件とをあわせて、標準複合表面処理条件として決定することができた。

## 2) 窒化処理炉の開発

窒化処理の低コスト化の観点から、窒化処理作業時間の短縮を図るために、既存の窒化炉を改造し、冷却時間の短縮を図った。まず、処理炉本体を取囲む加熱帯を窒化処理終了後に自動開放し、さらに、炉本体のレトルト下部に冷却ファンを設置することにより強制冷却を行う構造とした。この改造炉の冷却速度は従来の冷却（加熱帯開放後に自然放冷）を行った場合の約 1.75 倍と早く、冷却時間にして約 3 時間の短縮が図られた。この冷却速度で、既存炉と同等の窒化層形成が確認されたため、さらに冷却時間を短縮することが可能な新型窒化炉の開発を行った。新型窒化炉の特徴は、炉内に冷却ガスを循環させることによる炉内冷却機構を有している点である（図 2-3）。

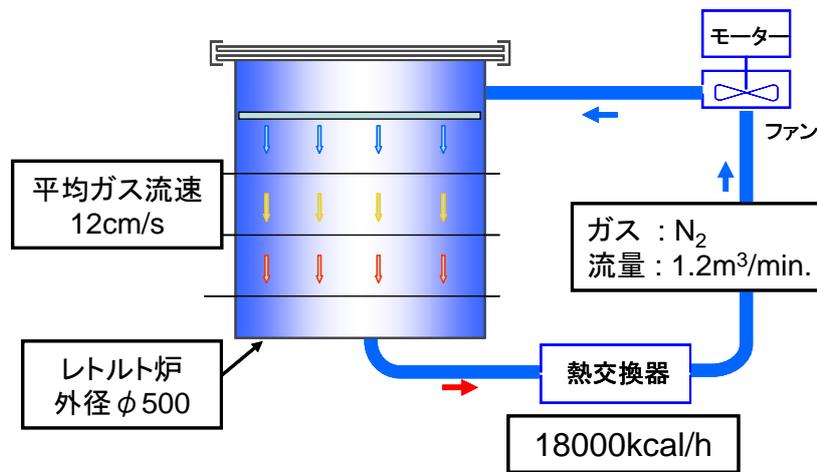


図 2-3 新型窒化炉の模式図

導入した新型窒化炉の冷却能力を確認した結果、改造炉の約 1.6 倍、従来の冷却方法に対して、約 4 倍のスピードで冷却が行われ、時間に換算すると約 6 時間の短縮を図ることができ、低コスト化に繋がった。また、種々の試験片に対して、標準複合表面処理を行った結果、既存炉と同様に、再現性良く良好な窒化層が形成されたことから、新型窒化炉は、低温窒化処理炉として十分な性能を発揮することが確認できた。

## 3) 金型の寿命向上を目指した窒化処理技術の確立

プレス成形における金型寿命の向上を図る目的で、耐摩耗性の向上と高すべり性を目指した処理について検討を行った。まず、耐摩耗性の向上を目指し高硬度の窒化層を形成させる処理条件について検討を行うこととした。

$T_H$  の処理温度で、その他の条件は標準窒化処理と同様に行い（高硬度窒化処理条件）、得られた窒化層について調べた。表面硬さは、標準処理条件とほぼ同じ値を示し、窒化層深さは  $100\mu\text{m}$  であった（図 2-4）。また、深さ  $10\mu\text{m}$  から  $40\mu\text{m}$  の部位で  $1,000\text{HV}$  以上の硬化層が形成していることが明らかとなり、高硬度窒化層を得ることができた。靱性については、ある程度は保持しているものの標準窒化処理条件より劣ることが明らかとなった。これは、白層（化合物層）の形成が原因であるものと示唆された（図 2-5）。

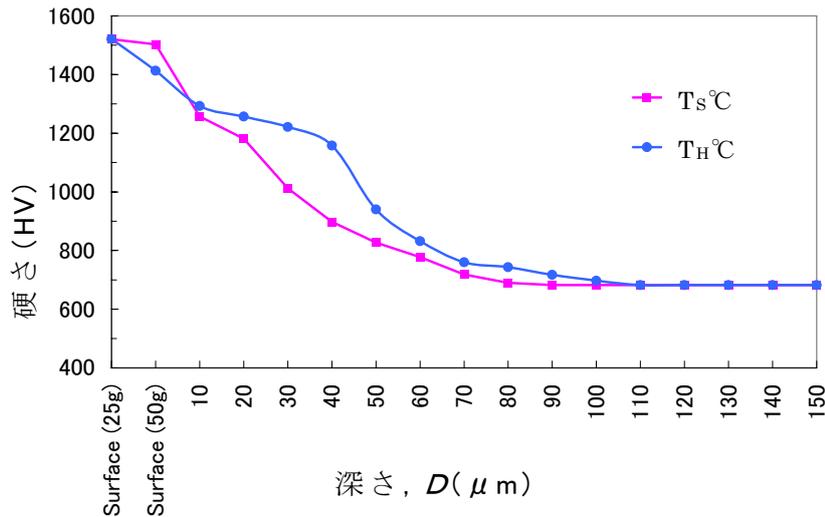


図 2-4 TS と TH の表面硬さおよび断面硬さ



図 2-5 観察した窒化組織写真

つぎに、高すべり性の向上を目指して、固体潤滑剤として一般的に知られている二硫化モリブデンを、金属表面に塗布したハイパー処理について検討を行った。なお、本処理は、標準窒化処理条件で処理を行うことから、同様の窒化層が形成されると判断できる。処理後の試験片について摺動性を調べた結果、標準窒化処理条件よりもゴーリング発生荷重が高く、高すべり性が期待できることが示唆された。

### 2-2-3 研究成果のまとめ

複合表面処理技術の実用化を目指すうえで、HS 処理材に適用できる高品質な窒化層形成を可能にする窒化処理条件を確立することが必要不可欠である。そこで本サブテーマでは、種々の窒化処理条件を検討し、形成された窒化層を詳細に調べることで、結果として標準窒化処理条件を確立することができた。得られた窒化層は、技術的目標値をクリアできるレベルで、十分な表面硬度を保持しており、均一な窒化層深さを示し、良好な靱性を有することが明らかとなった。また、事業化に向け、窒化処理の低コスト化を図るために、冷却時間の短縮が図れる窒化炉の開発を行った。新型窒化炉の冷却速度の向上により、事

業化目標である処理コスト 2,000 円/kg 以下を、ほぼ達成することができた。また、新型窒化処理炉で、再現性よく高品質な窒化層を形成することができたことから、本複合表面処理技術に適用できる有効な標準窒化処理条件として、高硬度処理条件、ハイパー処理条件を確立することができた。

## 2-3 シミュレーションにより最適な表面処理条件を設定

### 2-3-1 目的と目標

低コスト化を冷却時間の短縮によって実現させるうえで懸念される熱歪みについて、シミュレーションを用いた解析を行うことにより、冷却時間の短縮による低コスト化と熱歪みの低減を両立する窒化処理プロセスを確立する。

技術目標値 熱歪み：寸法変化量 TiC 処理比 50%低減

### 2-3-2 研究内容

#### 1) 窒化層の冷却速度シミュレーション

低コスト化を図るために冷却速度の向上を新型窒化炉のコンセプトとして掲げているが、冷却速度を上昇させると熱歪み発生の懸念がある。そこで、様々な試験片を用いて冷却速度の違いによる熱歪みの大きさを検証することとした。まず、冷却速度を変化させたときの材料表面と内部（窒化層 50 $\mu$ m の部位）の冷却曲線を FEM（有限要素法）解析にて求めたところ、両者の冷却速度には違いが見られないことが判った。したがって、窒化処理に伴う熱歪みは、窒素による膨張挙動と母材の変形・変寸に絞って解析すればよいことが明らかとなった。

#### 2) 熱歪みシミュレーション

次に、窒化処理による熱歪みの発生に影響を及ぼす因子について検討を行い(図 2-6)、熱歪みシミュレーションの基本仕様を確立させた。

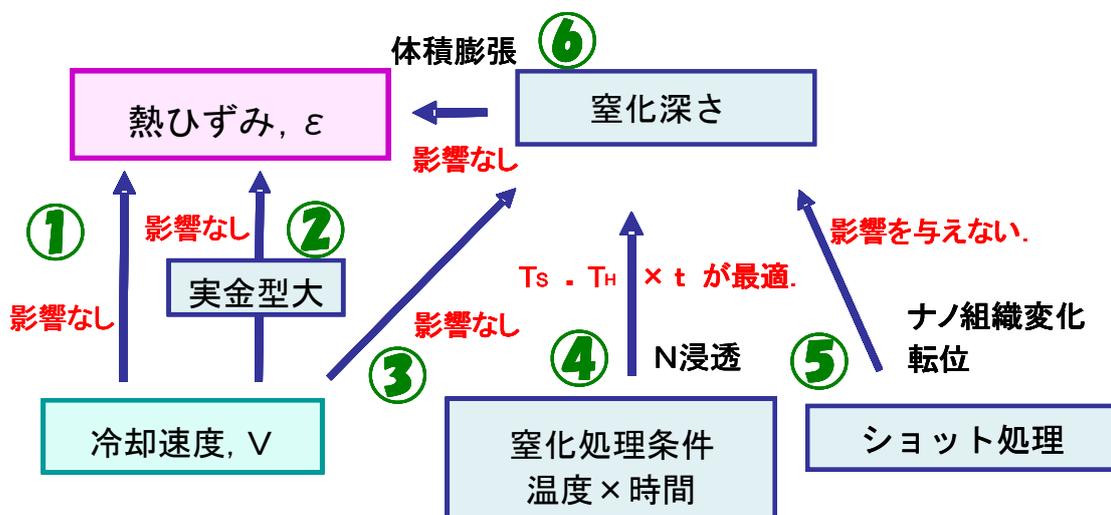


図 2-6 熱歪みシミュレーション基本仕様の相関図

さらに、種々の試験片を用いて、冷却速度を中心に、ショット処理や窒化処理条件などの要因に対する基礎データを収集した。結果を図 2-6 と対比させながら以下にまとめた。

①および②について、大きさ、質量および形状の異なる小型試料・実金型大試料に標準ショット処理で表面テクスチャーを付与し、種々の条件で窒化処理を行った。ここで、冷却速度を種々変化させて熱歪みを検証したが、検討した全ての複合表面処理条件においては、冷却速度は熱歪みに影響を及ぼさないことが明らかとなった。③同様に、今回確立した複合表面処理条件においては、冷却速度は窒化深さに影響を及ぼさないことが明らかとなった。④窒化処理条件と窒化深さの関係では、窒化処理時間が長くなれば窒化層深さは大きくなるがその値は、熱歪みの値と比べると桁違いに小さく、影響がないものと判断された。⑤窒化層深さは HS 処理の有無でほとんど影響がなく、HS 処理による金属表面への影響（ナノ組織化）についても、窒化深さへの影響がほとんどないと判断された。⑥低温窒化処理での窒化層形成、すなわち N<sub>2</sub> 吸収で窒素化合物の形成による体積膨張は 3 $\mu$ m ~ 5 $\mu$ m 程度であり熱歪みへの影響はほとんどないと判断された。

以上の結果から、今回確立した複合表面処理条件を行う場合においては、熱歪みシミュレーションを適用する必要がなく、窒化処理プロセス条件を確立することができた。また、実際の金型へ応用した場合においても、同様に本シミュレーションによる解析を行わずに、高品質な窒化層を形成できるものと結論された。

### 2-3-3 研究成果のまとめ

事業化に向けて、高品質の窒化処理を、金型の形状・材質に応じて、短時間・低コストで実施できるプロセス条件を確立するために、シミュレーション解析の適用を視野に入れ検討を行い、熱歪みシミュレーションの基本仕様を確立することができた。しかしながら、低コスト化を図るうえで懸念されていた、冷却速度の影響による熱歪みは確立した複合表面処理条件を使用するかぎりにおいては、全く影響がないことが判明し、シミュレーション解析に頼ることなく最適プロセス条件を確立することができた。

## 2-4 複合表面処理による金型長寿命化の評価

### 2-4-1 目的と目標

HS 処理と窒化処理による複合表面処理技術の事業化を目指し、様々な複合表面処理条件を金型に施し、プレス成形実験を行うことで、本処理の寿命向上効果について評価を行う。

### 2-4-2 研究内容

#### 1) 評価用金型による複合表面処理の評価

油だまり効果と耐摩耗性の向上による金型寿命の向上という我々のコンセプトを検証するために、実際の金型に様々な複合表面処理を施したダイスをセットし、プレス成形実験を行った。

まず、評価用金型（材質：SKD11）により、被加工材として高張力鋼板（引張り強さ 590MPa 相当、980MPa 相当の 2 種。板厚 1.2mm）を、潤滑油には X 社製の 2 種を用い、金型にはそれぞれ、①標準複合表面処理、②SS 処理 + 標準窒化処理、③標準ショット処理

のみ、④標準窒化処理のみ、⑤焼入れのみ、⑥TiC 処理を施し、プレス成型実験を行った。その結果、本研究で確立した標準複合表面処理(①)は、焼入れのみ(⑤)の約6倍以上、標準ショット処理のみ(③)・標準窒化処理のみ(④)の約10倍以上の顕著な寿命向上効果を示した。また、SS 処理+標準窒化処理(②)は、焼入れのみの4倍程度の効果を示したが、HS 処理より早期にかじりが発生した。

以上の結果から、確立した標準複合表面処理によって、金型寿命を大きく向上させることが可能となり、表面形状制御による油だまり効果に基づく摺動性の向上という我々のコンセプトを実証することができた。しかしながら、標準複合表面処理金型、TiC 処理金型については、ともに異常は認められず、成形限界には至らなかった。また、このまま成形を継続しても短期間で成形限界を見極めることが不可能と判断されたことから、評価用金型での評価を断念した。

## 2) TiC 処理の欠点

複合表面処理の寿命向上効果を評価する前に、TiC 処理の欠点を明確にするための実験を行った。実際のプレス成型における作業環境を考えると、金型が屋外に保管されていることによる錆や砂ぼこりの付着、また扇風機やフォークリフトの排気で飛ばされてくる砂ぼこりや、成形カス、切削くずが、成形時にラインに混入する可能性がある。これが原因となって、TiC 皮膜の剥離が起これ、金型寿命低下の原因となっていることは広く知られている。そこで、この剥離が起これやすいという TiC 処理の欠点を明らかにするため TiC 処理および標準複合表面処理を施した評価用金型を用いて、砂や鉄粉を振りかけ、先の状況を人為的に作り出すことで成形実験を行った。

その結果、図2-7に示すように、TiC 処理金型には大きな剥離が発生した。一方、標準複合表面処理には、かじり傷は見受けられるものの、TiC 処理金型ほどの損傷は無く、ユーザーで問題となっている外的要因(砂ぼこりや成形カス等の混入)が予想される現場環境下においては、複合表面処理の優位性が明らかとなった。

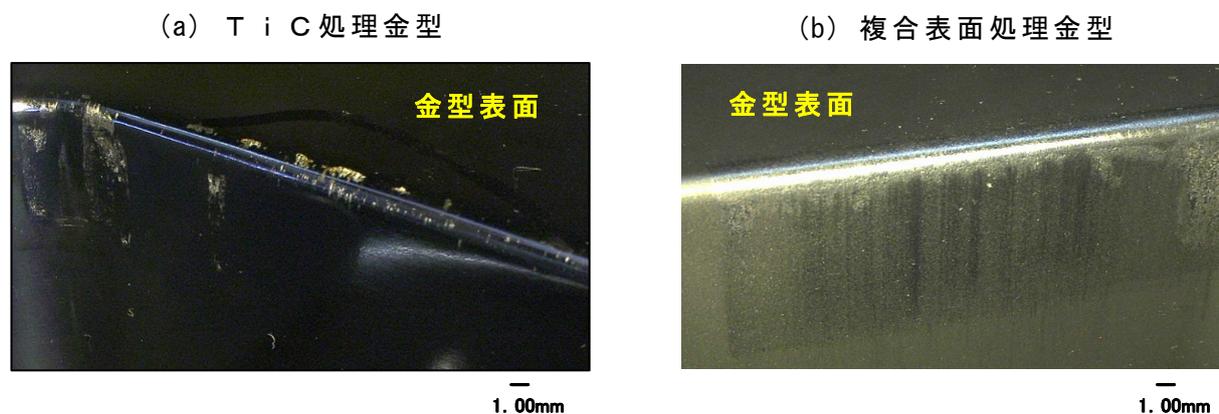


図2-7 外的要因を想定したプレス成型実験結果

### 3) 量産用金型を用いた寿命評価方法（評価系）の確立

評価用金型を用いた実験では、金型の成形限界を見極めるには至らなかった。そこで、より効率的に評価が可能な量産用金型を設計・製作し、その評価系を確立したうえで、複合表面処理、および、TiC 処理の成形限界を評価することとした。

量産用金型は、2 個取りとなっており、同時に 2 種の条件を評価できるように設計した。ダイスは、曲げ加工を角度変更可能な V 字形状とすることで絞り加工の要素を加味している。すなわち、V 字形状の角度を調節することにより成形品の肉余りを調節可能にし、プレス成形の難易度を調整できるように設計を行った。

### 4) 潤滑剤の検討

金型の成形限界を評価するプレス実験系を確立するために、使用する潤滑剤の検討を行った。プレス成形においては、潤滑剤によってその成形性が大きく左右することが知られている。そこで、種々の潤滑油を用いて摺動試験を行い、摺動性に及ぼす潤滑剤の影響を明らかにすることとした。その結果、X 社の高摺動用油が、潤滑特性に優れていることがわかり（高ゴーリング発生荷重、低摩擦係数）、金型の寿命を評価するプレス成形実験には、当該潤滑油を採用することとした。

また、高い摺動特性を示すと言われている固体潤滑剤（貝粉）の効果についても検討を行ったところ、検討したなかで最も良好な摺動特性を示すことが明らかとなった。貝粉の利用は、廃棄物の活用の観点からも有効であることから、潤滑特性向上策として検討する余地のあることを明らかにした。

### 5) 量産用金型による成形寿命評価

先に確立した、量産用金型を用いたプレス成形実験系（被加工材：高張力鋼板、引っ張り強さ 590MPa 相当、板厚 1.2 mm）で、その寿命向上効果について評価を行った処理は、以下の 5 種類であり、それぞれその処理の特徴とともに記した。なお、プレス成形実験は、異物混入のない理想的な環境下で行った。

#### I) TiC 処理

当該研究開発が目標として設定している既存技術で、プレス成形で一般的に用いられている表面処理。

#### II) 標準複合表面処理（標準条件）

油だまり効果による摺動性の向上と耐摩耗性とを兼ね備えた処理として最初に確立した複合表面処理（標準ショット処理条件：No.26、窒化処理温度：Ts）。

#### III) 耐摩耗性を指向した複合表面処理（高硬度条件）

標準条件を基本に、高硬度による耐摩耗性の向上を目指した複合表面処理（標準ショット処理条件：No.26、窒化処理温度：TH）で、標準条件とほぼ同等の摺動特性を示すが、標準条件と比べると窒化層の高硬度化が図られている反面、靱性は劣っている。

#### IV) すべり性の向上を指向した複合表面処理（ハイパー条件）

標準条件を基本に、すべり性の改善により摺動特性の向上を目指した複合表面処理（標準ショット処理条件：No.26、窒化処理温度：Ts、二硫化モリブデン塗布）で、実際にすべり性の向上（高ゴーリング発生荷重）が示された。

## V) 摩擦抵抗の低減とすべり性の向上を指向した複合表面処理（高摺動条件）

ハイパー条件を基本に、表面の高低差を抑えることで摩擦抵抗を低減し、寿命の向上を目指した複合表面処理（標準ショット処理条件：No.30・31・32、窒化処理温度：Ts、二硫化モリブデン塗布）で、実際に表面高低差は 3/5 以下に抑えられ、摩擦抵抗も低く、高いゴーリング発生荷重を示した。

これらの処理について評価した結果、標準条件は、14,918 ショットで被加工材の食い付きが発生し成形限界となった。標準条件よりも窒化温度を高め窒化層の高硬度化を図ることにより、耐摩耗性の向上を指向した高硬度条件については、9,833 ショットと、早期に成形限界に至った。これは、窒化層に形成された白層（化合物層）による靱性の低下が原因と考えられる。したがって、大きな面圧がかかるプレス成形において、窒化処理を適用する場合、耐摩耗性よりも靱性が金型の寿命に大きく影響することが明らかとなり、特に、靱性の低下は、金型の寿命に関しては致命的であることが示唆された。

すべり性の向上を図ったハイパー条件については、17,106 ショットで成形限界となった。標準条件の成形限界を上回る結果となり、当初の目的どおりの寿命向上効果を示した。評価を行った複合表面処理のなかで、最大の金型寿命向上効果を示したものは、摩擦抵抗を低減する目的で、表面の高低差を標準条件より小さく制御した高摺動条件で、その成形限界は 20,000 ショットであった。ハイパー条件及び高摺動条件における成形実験の結果は、摺動試験の結果を反映していることから、摺動試験とこの評価系を用いたプレス成形実験においては、何らかの相関があることが示唆された。

一方、TiC 処理を施したダイスについては、大きな面圧のかかる過酷な成形条件の影響で 5,000 ショットから剥離が発生し、その剥離が大きなキズとなり、さらにそのキズが成形品に顕著に転写されるようになったことから、61,857 ショット目を成形限界とした。一般論として TiC 処理は、高荷重による剥離が問題点として指摘されており、さらに、この剥離した硬質の皮膜が、正常な皮膜を傷つけ、摩耗が拡大することから、TiC 処理の課題として指摘されている。しかしながら、寿命は複合表面処理の約 3 倍であり、異物の混入がほとんどない理想的な成形環境下では、TiC 処理が優位であることが明らかとなった。

### 2-4-3 研究成果のまとめ

評価用金型を用いたプレス成形実験により、標準複合表面処理は、焼入れのみの 6 倍以上、標準ショット処理のみ・標準窒化処理のみの約 10 倍以上と、金型の寿命を向上させる効果を顕著に示し、複合表面処理の有効性が確認され、油だまり効果と耐摩耗性向上による金型寿命の向上という我々のコンセプトが正しいことを証明することができた。また、外的要因（砂ぼこりや成形カス等の混入）を想定したプレス成形実験の結果、複合表面処理の損傷は軽微であったのに対し、TiC 処理金型では剥離が顕著に認められ、TiC 処理の欠点と複合表面処理の優位性を明らかにした。

本研究開発で確立した複合表面処理の金型の寿命向上効果について評価を行うために、短時間で効率的に、評価が可能な量産用金型を設計・製作し、これを用いた評価方法を確立した。

確立した評価系を用い、5 種の処理について評価を行った結果、TiC 処理が約 60,000 ショットに対し、最も良好な結果を得た複合表面処理は 20,000 ショットで、約 1/3 の寿命で

あった。したがって、理想的な環境下においては TiC 処理の優位性が示され、事業化に向けた目標である「金型寿命：TiC 処理の 2 倍」を達成することができなかった。これは、我々の研究開発が、表面テクスチャー制御による摺動特性の向上に主眼を置いていたことにもよるが、金型の寿命向上効果においては、摺動性もさることながら、耐摩耗性が重要な影響を及ぼすためと考えられる。したがって、今後、研究開発を進め、金型の長寿命化技術を確立するためには、①摺動特性の更なる向上と、②耐摩耗性向上の観点から取り組む必要がある。①については、固体潤滑剤の検討を、②については、靱性等の要因もあり窒化処理によるこれ以上の高硬度化は図れないため、種々の金型材に複合表面処理を適用して、量産用金型を用いたプレス実験系で評価し、事業化に向けた目標値の達成を目指す。

## 第3章 全体総括

### 3-1 研究開発成果

高張力鋼板のプレス成形に用いられる金型の長寿命化技術開発を目標として、金型表面のショット処理によるテクスチャー制御と低温窒化処理を組み合わせた新たな複合表面処理の研究開発に取り組んだ。本開発の研究成果をまとめる。

「三次元制御型ハイブリッドショット処理システムの確立」では、金属表面テクスチャーを制御できる HS 処理条件を確立し、種々のショット処理条件で表面テクスチャーを付与し、ドロビード摺動試験で評価したゴーリング発生荷重と対応する、フーリエ変換による表面テクスチャー定量評価指標を見出すことに成功した。また、HS 処理を施すと表面テクスチャーが平滑化し、ゴーリング発生荷重が大きくなるとの結論を得た。

「窒化膜の高均質化に伴う低温窒化炉の試作・開発」では、新たに設計・導入した新型窒化炉での冷却機構により、従来の冷却方法（加熱帯を開放しての自然放冷）に対して4倍のスピードで冷却が行われることが可能となった。この作業時間の短縮により、複合表面処理コストを低減させることができ、目標値である「2,000 円/kg以下」をほぼ達成することができた。また、窒化処理温度低減限界を見極めることができ、高品質な窒化層（均一、硬度、靱性）を形成できる窒化処理条件を見出した。

「シミュレーションにより最適な表面処理条件の設定」では、冷却速度を変化させた時の材料表面と内部の冷却曲線を求め、その差が極めて小さいことを数値的に示した。また、窒化処理における熱歪みの要因を明確にし、熱歪みシミュレーションの基本仕様を確立させた。実験的には、新型窒化炉での窒化処理において、金型を想定した複雑形状の試料でも熱歪みが小さいことを明らかにし、新型窒化炉の最大冷却速度でも、金型製品として十分な熱歪み許容範囲であるとの結論を得た。低コストで高品質な窒化層形成を両立させる最適な窒化プロセス条件は、熱歪みシミュレーション解析を適用せずに確立することができた。

「複合表面処理による金型長寿命化の評価」では、砂や切削くずなどの異物混入が考えられる実際のプレス成形の現場環境を想定した実験において、TiC 処理表面の剥離が顕著に認められ、一方、複合表面処理の損傷は軽微であることを確認し、複合表面処理技術の優位性を明らかにした。しかしながら、異物混入の無い理想的な環境下で、量産用金型を用い、寿命評価を行った結果、複合表面処理の寿命（20,000 ショット）は TiC 処理（61,857 ショット）の 1/3 程度と、目標の金型寿命「TiC 処理比 2 倍」を達成できなかった。これは、我々の研究開発が、表面テクスチャー制御による摺動特性の向上に主眼を置いていたことにもよるが、金型の寿命向上効果においては、摺動性もさることながら、耐摩耗性が重要な影響を及ぼすためと考えられる。

### 3-2 研究開発後の課題と事業化展開

量産用金型を用いたプレス成形実験によって、複合表面処理は、TiC 処理の成形限界の 1/3 程度であることが判った。この結果から、金型の寿命向上においては、我々のコンセプトに基づく摺動性の向上も重要な要因と考えられるが、大きな面圧がかかるプレス成形

においては、耐摩耗性も大きく影響を及ぼすと考えられた。したがって、今後は、摺動性および耐摩耗性の向上の観点から、本技術を発展させ、目標とする金型寿命の達成に向けた取組みを実施していく予定である。摺動特性の向上については、表面テクスチャー制御でこれ以上の潤滑特性は臨めないことから、本研究開発でその有効性を確認した固体潤滑剤の適用を検討する。また、耐摩耗性の向上に関しては、本研究開発で明らかになったように、窒化処理では白層（化合物層）の形成による靱性の低下が問題となることから、窒化処理による耐摩耗性の向上はほとんど望めないと考えられる。したがって、様々な金型材に複合表面処理を施し、その耐摩耗性を評価することにより、本技術に最も有効な金型材料を検討する。さらに、量産用金型によるプレス成形実験でこれら进行评估し、また、現在評価中の深絞り金型や、弊社取引先の実金型について、その寿命进行评估していくことで、本技術の有効性や目標達成に向けた研究開発を継続していく。

当研究開発で確立した、複合表面処理の寿命評価結果において、TiC 処理には及ばなかったものの、本技術が、処理によるひずみが少なく、金型精度が保たれることにより、加工コストの低減につながる点、処理コストが安価である点、また、再現性が容易であることから短期間で処理が完了する点等については、現時点でもユーザーに十分訴求できる特徴である。また、異物混入等が予想される環境下でのプレス成形において、剥離がない本技術は、TiC 処理より優れていると考えられる。したがって、これらの特徴について、自社の営業ルートを中心に積極的に PR を行い、販路を開拓していく。また、その過程でユーザーの実金型における評価を実施し、その有効性を PR する予定である。

本技術の他分野への応用展開として、湯流れの改善による溶損対策が求められているダイカスト金型があげられる。この金型は、離型潤滑剤を使用し摺動性も必要であるため、複合表面処理技術は有効と考えられる。このことから、ダイカスト金型についてもアプローチを行う予定である。その他、摺動性が要求される歯車やギア、ピストン等の機械部品にも応用が可能であり、これらの分野への展開についても検討を行う。

最後に、3年という長きに渡る研究開発において、貴重なアドバイスをいただいた協力機関の皆様に厚く御礼申し上げます。