

熱間工具鋼の高温低サイクル疲労過程中的材質変化

辻井 信博*・阿部 源隆*・深浦 健三*²・砂田 久吉*²

Structural Changes of Hot Working Tool Steel during Low Cycle Fatigue at Elevated Temperatures

Nobuhiro TSUJII, Genryu ABE, Kenzo FUKAURA and Hisakichi SUNADA

Synopsis : Effect of microstructural changes on the crack generation and propagation during low cycle fatigue was investigated on hot working tool steel SKD6, having the hardness of 48HRC, at 873K in air.

The stress amplitude vs. number of cycles relationship under constant strain condition consisted of three stages, as follows. The first stage is a short period of work hardening, and the second stage is dominated by cyclic softening due to dynamic recovery of matrix structure and coarsening of carbides. At the final stage, stress amplitude is drastically decreased by crack propagation, which could result from micro-cracks initiated at scales near surface.

Key words : hot working tool steel ; low cycle fatigue ; thermal fatigue crack ; microstructural change ; dynamic softening.

1. 緒言

熱間工具鋼は、熱間プレス加工用金型材として広く使用されている。これら金型には、鍛造中の過酷な応力と熱の重畳効果により、金型表面に発生する亀甲状のクラック(ヒートチェック)、摩耗、へたり、さらに深い割れなどが発生する。特に、ヒートチェックは、ダイカスト製品の場合、製品の肌荒れを起こし、それ自体の存在が問題となるほか、摩耗や深い割れの起点となるなど¹⁾非常に重要な寿命支配因子である。

熱間工具鋼の分野ではヒートチェック特性に関して比較的古くから数多くの研究がなされている^{2)~7)}。評価方法には、ヒートチェック試験⁸⁾があり、これは小試験片の側面または端面を高周波加熱またはバーナー加熱した後水冷し、これを繰り返すことにより試料表面に発生したき裂長さ、本数を測定する試験である³⁾⁴⁾⁶⁾。

最近では、実体鍛造条件により近づけるために、試験片に拘束応力を負荷させた改良試験、例えば、管状試験片の内部に加熱しない芯材を挿入して試験する方法⁹⁾、大型試験片端面の小領域のみを加熱して試験する方法⁷⁾などが考案されている。しかしながら、それらの評価基準は、き裂の深さや本数などを比較する相対評価であるため、実際に負荷された応力値およびひずみ量の決定は難しく、き裂の発生および伝播挙動の力学的解析は困難である。

一方、このヒートチェック特性は、熱応力に起因した熱疲労現象であることも知られている²⁾。熱間工具鋼の疲労強

度に関する研究報告は、いくつかあるが、その多くは常温高サイクル疲労⁸⁾⁹⁾、高温高サイクル疲労¹⁰⁾および常温低サイクル疲労¹¹⁾に関する研究であり、熱疲労現象に関連した高温低サイクル疲労に関する報告は、非常に少ない^{12)~15)}。さらに、熱間工具鋼の高温低サイクル疲労挙動と微細組織変化の関連性については、ほとんど明らかにされていないのが現状である。

そこで、本研究では、代表的熱間工具鋼の一つであるJIS-SKD6を用いて高温低サイクル疲労試験を行い、疲労過程中的材質変化について微視組織学的な考察を行った。

2. 実験方法

2.1 供試材および試験片

供試材は、代表的熱間工具鋼である市販のJIS-SKD6で、直径28mmの圧延丸棒である。その化学成分値をTable 1に示す。オーステナイト化温度1303Kに1.8ks保持後、空冷により焼入れを行い、焼戻しとしては、硬さが48HRCになるように873Kで3.6ks保持後空冷処理を、3回繰り返し調整した。

焼入焼戻し後、Fig. 1に示す形状と寸法に高温低サイクル

Table 1. Chemical composition of material used in this experiment.(mass%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V
0.37	1.0	0.4	0.010	0.002	0.10	5.0	1.2	0.5

平成5年11月26日受付 平成6年5月13日受理 (Received on Nov. 26, 1993; Accepted on May 13, 1994)

* 山陽特殊製鋼(株)技術研究所 (Technical Research Laboratories, Sanyo Special Steel Co., Ltd., 3007 Nakashima Shikama Himeji 672.)

* 2 姫路工業大学工学部 (Faculty of Engineering, Himeji Institute of Technology)

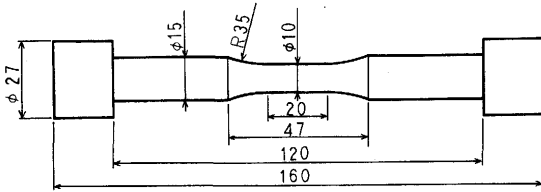


Fig. 1. Shape and dimensions of low cycle fatigue test specimen.

疲労試験片を機械加工した。なお試験片の軸方向が、素材圧延方向と一致するように採取した。

2・2 高温低サイクル疲労試験

山崎ら¹⁵⁾は、SKD61製アルミダイカスト実体金型の損傷観察と熱応力解析により、金型表面は、応力範囲約980MPa、ひずみ範囲約0.5%のout-of-phase型(加熱時に圧縮応力、冷却時に引張応力が働く状態)の繰返し応力を受けていることを報告している。

Fig. 2に、試験材SKD6の873Kにおける応力-ひずみ曲線を示す。これから、全ひずみ量 $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$ 以上では、明らかに塑性変形が生じる領域となっている。

そこで本試験では、試験温度を873K、ひずみ速度を0.1%/s一定とし、ひずみ制御下での軸方向圧縮引張り低サイクル疲労試験を行った。負荷波形は、両振り三角波形(中心値=0)であり、全ひずみ量 $\Delta\epsilon_t$ は、0.5、1.0および1.5%の3水準に変化させた。なお、試験は、大気中で行った。

用いた試験機は、高周波誘導加熱コイル装置を有する油圧サーボ式疲労試験機であり、セラミックス製押当て式伸び計にて、試験片軸方向の変位を測定しひずみ量を求めた。この時の標点間距離は、15mmである。また、標点間内の温度分布は、試験温度873Kに対し ± 5 K以内である。

高温低サイクル疲労寿命 N_f は、低サイクル疲労に関するVAMASラウンドロビン試験により種々検討されており¹⁶⁾、引張側応力振幅の低下率が25%の値が最も適していると提案されている。しかし本実験では、疲労過程中的材質変化が出来るだけ広範囲に観察できることに重点をおき、試験中に引張側のピーク応力値が、最大値の25%(低下率75%)に低下した時点の繰返し数を疲労寿命 N_f と定義し、試験を終了させた。

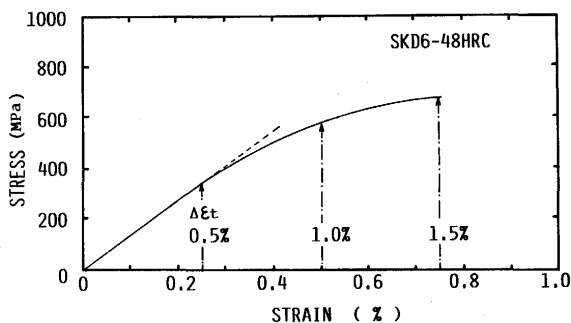


Fig. 2. Stress-strain curve at 873K and at $10^{-3}s^{-1}$.

2・3 疲労試験後の硬さ測定と組織観察

疲労試験後の試験片中央部疲労き裂近傍から、試験片を採取し、ピッカース硬度計にてピッカース硬さ(試験荷重49.0N)を測定し、その後、組織観察を行った。

組織観察には、光学顕微鏡および加速電圧200kVの透過型電子顕微鏡を用いた。ピクラール液で腐食後、光学顕微鏡観察を行った。また透過電顕観察としては、炭化物析出挙動を、抽出レプリカ試料で、転位組織を、双ジェット法による酢酸過塩素酸中での電解研磨により作製した薄膜試料を用いて行った。

また、繰返し応力による組織変化および硬さにおよぼす影響を明らかにする目的で、無負荷で873Kに所定の時間加熱したものについても、組織および硬さ変化を調べた。

2・4 疲労試験片の表面観察

疲労き裂の発生機構を考察する目的で、疲労試験後の試験片表面を走査型電子顕微鏡にて観察した。

3. 実験結果

3・1 高温疲労試験結果

試験温度873Kにおける、SKD6の高温低サイクル疲労寿命 N_f と全ひずみ量 $\Delta\epsilon_t$ の関係をFig. 3に示す。全ひずみ量 $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$ 、1.0%、1.5%それぞれに対し同条件で3本の試験片について疲労試験を行った。

一方、Fig. 4には、 $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$ における各繰返し数における応力-ひずみヒステリシスループの一例を示す。繰返し数の増加に伴い引張側および圧縮側とも最大応力値は低下する。その様子を各試験ひずみについて応力振幅と繰返し数との関係として、Fig. 5に示す。 $\Delta\epsilon_t$ が1.5%の場合、繰返し数 N に対する応力振幅の変化は、図中に示すようにI、II、IIIの3段階に分けられる。すなわち、応力振幅は、試験初期数回の繰返しで増加し(段階I)その後、繰返し数の増加と共に順次低下し(段階II)、最後の疲労寿命 N_f 直前において急激な低下を示す(段階III)。 $\Delta\epsilon_t$ が1.0%の場合

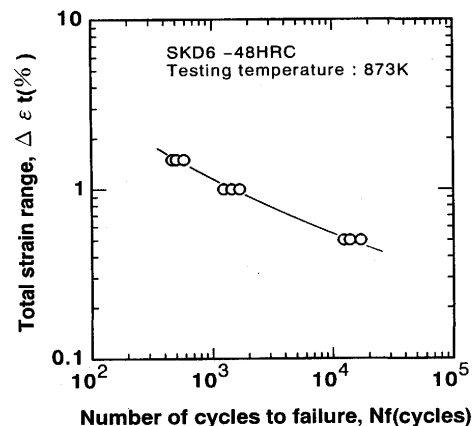


Fig. 3. $\Delta\epsilon_t$ - N_f relation of low cycle fatigue tests at 873K.

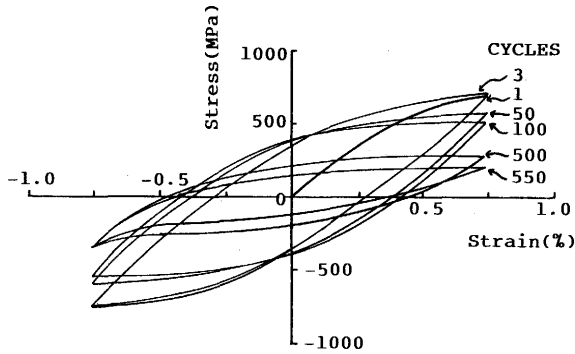


Fig. 4. Changes in stress-strain hysteresis loops with low cycle fatigue at $\Delta\epsilon_t=1.5\%$ and at 873K.

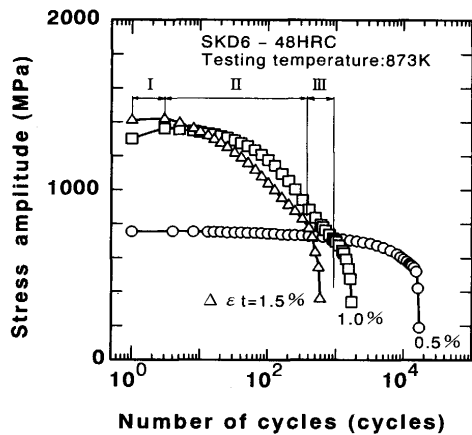


Fig. 5. Changes in stress amplitude with increasing number of cycles for various total strains.

も同様な傾向を示す。

一方、 $\Delta\epsilon_t$ が最も小さい0.5%における応力振幅の変化には段階Iは明瞭には認められず、 10^3 回程度まではほぼ一定値を保ち、その後、緩やかに低下した後急激な降下を起こす(段階II, III)。

3・2 組織観察結果

疲労試験前後の組織観察を光学顕微鏡および透過型電子顕微鏡を用いて行った。代表例として $\Delta\epsilon_t=0.5\%$ における結果をFig. 6に示す。光学顕微鏡組織観察では、疲労試験前の組織(a)が、微細なマルテンサイト組織であるのに対し、疲労試験後の組織(b)は、基地のマルテンサイト組織が不鮮明になり、黒い点状の炭化物が明瞭に観察される。(c), (d)には、それぞれ疲労試験前後の析出炭化物の抽出レプリカ像を示す。これから疲労試験後の炭化物は、著しく粗大化していることがわかる。

一方、Fig. 6 (e), (f)は、疲労試験前後の透過電子顕微鏡組織であり、疲労試験前の組織は、転位密度の極めて高いラスマルテンサイト組織であるのに対して、疲労試験後には、転位密度が著しく低下していることがわかる。

3・3 疲労試験片の表面観察結果

疲労き裂の発生起点を探る目的で、疲労試験後の試験片

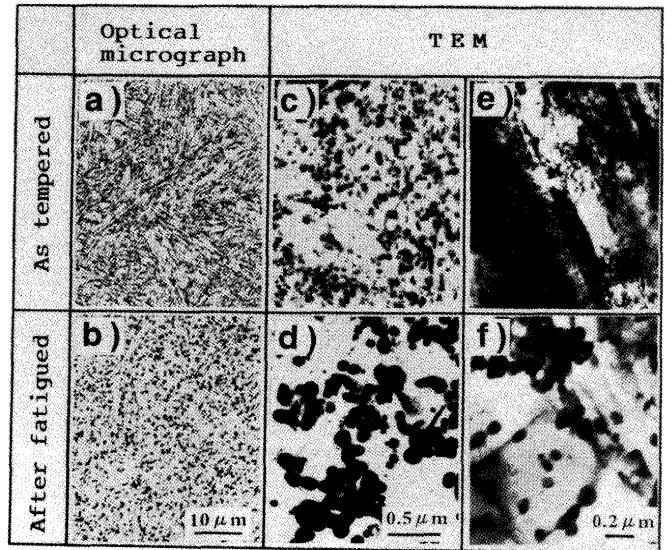


Fig. 6. Structural changes before and after fatigue test.

(a), (c) and (e) As-quenched and tempered
(b), (d) and (f) Fatigued at 873K. $\Delta\epsilon_t=0.5\%$, $N_f=1.38 \times 10^4$ cycles

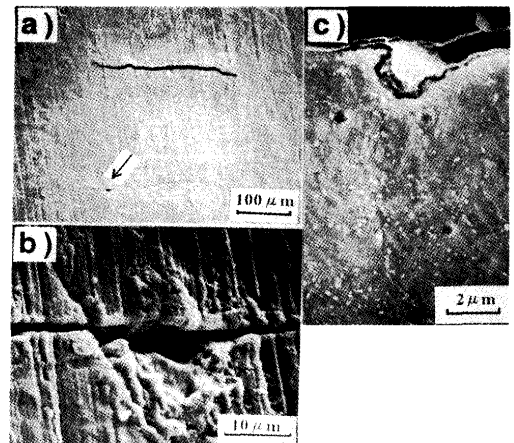


Fig. 7. Scanning electron micrographs of micro-cracks on specimen surface, fatigued at $\Delta\epsilon_t=0.5\%$, $N_f=1676$ cycles.

Direction of applied stress is vertical.
(a) surface view (b) magnified view of crack indicated by the arrow in photo. (a)
(c) example of micro-oxide observed cross sectional view

の表面および試験片を軸方向に切断した断面の最表面部を走査型電子顕微鏡を用いて詳細に観察した。

その結果、Fig. 7 (a), (b)に示すような、幅 $100\mu\text{m}$ 以下の荷重軸に直角方向に伸びた微小き裂が、主き裂の近傍に数本観察された。また、これら微小き裂の中央部には、例外なく酸化スケールが欠落したピットが存在していた。一方、(c)に示すように切断試料の最表面には、深さ数 μm ~10数 μm の局所的な酸化スケールも観察され、疲労き裂は、疲労中のある時期に最表面に発生したピットを起点に発生し、その内部に酸化スケールを生成させながら成長したものと推定される。

4. 考察

4・1 疲労過程中的応力変化

疲労過程中的の応力振幅の変化は、Fig. 5 に示したように、I, II および III の 3 段階に分けられる。変形が塑性域まで達していない $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$ の場合には、繰り返し初期の応力振幅の明瞭な増加がなく、 $\Delta\epsilon_t = 1.0\%$, 1.5% の場合の段階 I は、塑性ひずみによる加工硬化領域と考えられる。段階 II および III のような繰り返しひずみによる応力低下現象は、高速度鋼¹⁷⁾や SUS403¹⁸⁾ の高温低サイクル疲労や 5Cr-Ni-Mo, 5Cr-2Ni-Mo-V-Si 鋼の常温低サイクル疲労¹¹⁾でも認められている。

Fig. 8 に、塑性ひずみ量 $\Delta\epsilon_p$ の繰り返し数に対する変化をプロットした結果を示す。塑性ひずみ量 $\Delta\epsilon_p$ は、3 試験条件とも疲労寿命 N_f に近づくに従い増加し、Fig. 5 に示した段階 II の応力変化と逆の関係にある。このように段階 II の応力低下は、塑性変形量の増加を伴ったものであり、次に述べるき裂の発生と成長による応力低下ではなく、試験片の軟化によるものと考えられる。

さらに、Fig. 5 の段階 III に相当する最終段階における $\Delta\epsilon_p$ の急激な低下 (Fig. 8 中 III) は、き裂の発生と急速な成長による試験片断面積の減少に起因したものと考えられる。

4・2 疲労過程中的硬さ変化

Fig. 5 および Fig. 8 で示したように、疲労試験中、応力振幅が低下し、塑性ひずみ量が増大していることから、母材の軟化が生じていることが考えられる。そこで、この疲労軟化挙動を検討するために、疲労試験を中断させた試験片について、常温での硬さ測定を行った。

Fig. 9 に疲労試験時間と常温硬さの関係を示す。なお、無負荷で 873K に任意時間保持した試験片の常温での硬さ測定結果を \diamond 印で併記した。Fig. 9 から、試験時間の増加とともに硬さが低下し、これらは単純時効の場合よりも高温疲労した方が、また疲労の場合でも、負荷ひずみ量が大きいほど硬さの低下は著しいことがわかる。

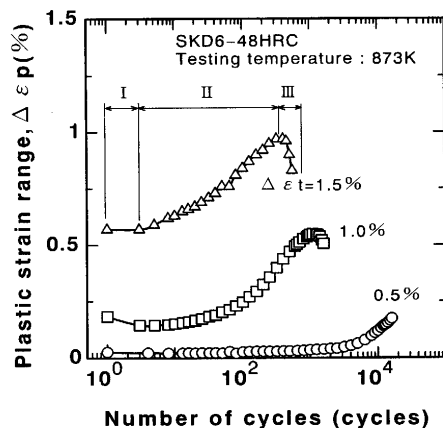


Fig. 8. Changes in plastic strain range with number of cycles for various total strains.

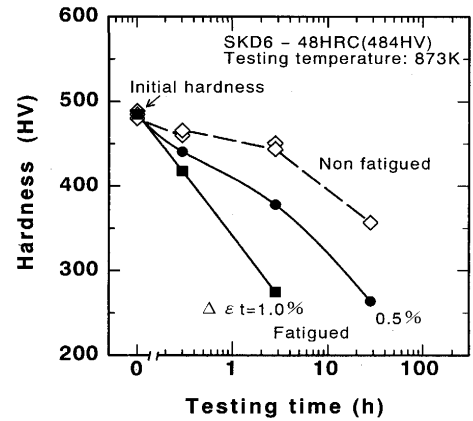


Fig. 9. Effects of strain ranges on softening occurred during fatigue test.

4・3 疲労過程中的組織変化

次に、疲労試験中に生じる組織変化を TEM 観察によって行い、その結果を Fig. 10 と 11 に示す。

疲労試験前には、Fig. 10 (a) に示すように、 $0.1\mu\text{m}$ 以下の非常に微細な炭化物が多数点在している。Fig. 10 (b) (c) に見られるように、時効のみによっても炭化物の凝集を生じ、時効時間とともに粗大化が進行する。これに、動的な繰り返し荷重が、重畳されると、Fig. 10 (d) (e) に示すように、その挙動が促進される傾向が見られる。

Fig. 11 は、 $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$ で疲労させた下部組織の変化を示す。試験前 (a) には、転位密度の高いラスマルテンサイトが観察される。時効材の場合、短時間 (b) では、顕著な転位密度の低下は認められないが、28h (c) において、かなりの密度低下が認められる。

一方、疲労材においては、2.8h (d) においてすでにかなり

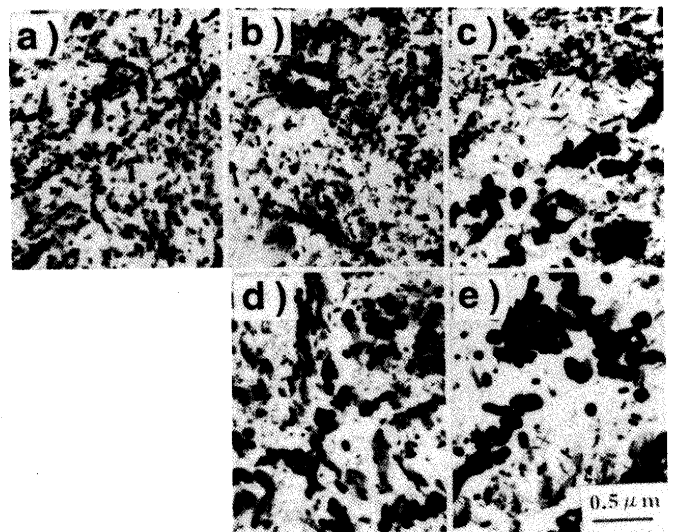


Fig. 10. Electron micrographs of extraction replicas for specimens aged or fatigued for various times.

(a) As-quenched and tempered.

(b) Aged at 873K for 2.8h. (c) Aged at 873K for 28h.

(d) Fatigued at 873K for 2.8h, $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$.

(e) Fatigued at 873K for 28h, $\Delta\epsilon_t = 0.5\%$.

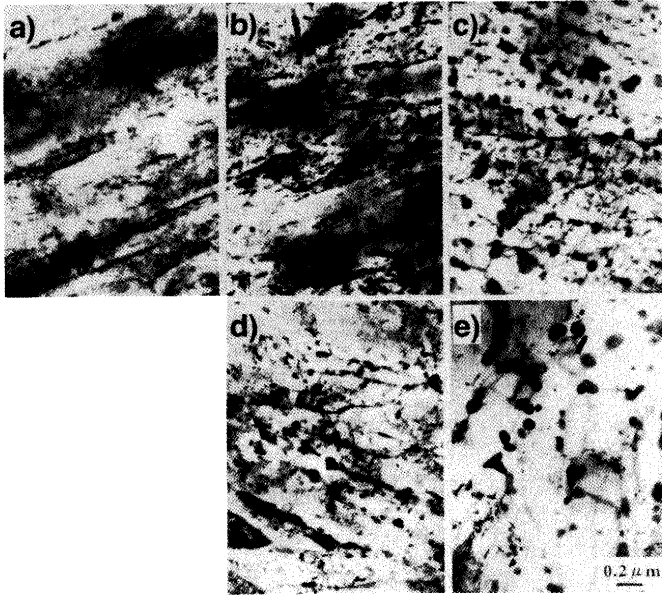


Fig. 11. Transmission electron micrographs of specimens aged or fatigued for various times. (a) As-quenched and tempered. (b) Aged at 873K for 2.8h. (c) Aged at 873K for 28h. (d) Fatigued at 873K for 2.8h, $\Delta\epsilon_f=0.5\%$. (e) Fatigued at 873K for 28h, $\Delta\epsilon_f=0.5\%$.

の転位密度の低下が生じている。

以上のことから、Fig. 9 に示した硬さ低下は、疲労中のマトリックスの動的回復と炭化物の凝集粗大化に起因したものと考えられる。

4・4 疲労試験中の転位密度の低下と炭化物反応

各試験片の炭化物をEDX分析した結果、疲労試験前すなわち焼入焼戻し状態 (Fig.10(a)) では、 $0.1\mu\text{m}$ 以下のFeおよびCrがリッチな微細な棒状炭化物と比較的球状のCrリッチ炭化物および非常に薄い鱗片状のV系炭化物が確認された。また、時効した試料には、若干粗大化したこれら炭化物と、やや針状のMo-Cr系炭化物が観察された。この微細なMo-Cr系炭化物は、 $\text{Mo}_2\text{C}^{19)}$ が過時効により粗大化したものと考えられる。しかし、試験前の組織にはこれが観察されないのは、その時点では非常に微細であったためと推定される。

一方、疲労寿命後の試料には、V系炭化物も観察されたが、炭化物のほとんどは、Fig.12に示すように $0.2\mu\text{m}$ 以上に粗大化したCrリッチ炭化物が凝集連結したものであり、時効材

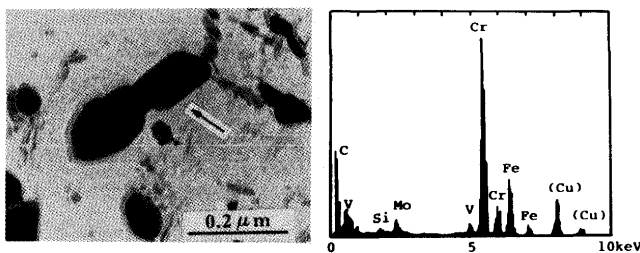


Fig. 12. Electron micrograph and EDX spectrum of extraction replicas of Cr-C type precipitates observed in fatigued specimen. $\Delta\epsilon_f=0.5\%$, $N=1.0 \times 10^4$ cycles.

および疲労途中材に観察された微細な炭化物は、かなり減少していた。一般にCrを含む熱間工具鋼の高温焼戻炭化現象は、 M_7C_3 炭化物の粗大化に起因していることが知られている²⁰⁾。高温疲労は、 M_7C_3 炭化物粗大化をさらに促進させていると考えられる。その原因の一つとして、繰り返しひずみ加わることにより、転位の発生および移動が活発化し、転位によるパイプ拡散によりC原子の高速拡散が容易になり、炭化物のオストワルド成長が促進されたものと推定される。また、疲労寿命後の試料 (Fig. 6 (d)) には、微細な炭化物がほとんど観察されないことから、転位の往復運動によりこれら微細炭化物の切断あるいは再固溶が促進された可能性も考えられる。

さらに、疲労途中の試験片の一部には、微細炭化物間にトラップされた転位が観察されたことから、疲労中の転位密度の低下は、これらトラップサイトの減少が起因しているものと考えられる。いずれにせよ、疲労中の転位の挙動と炭化物反応との関連性については、今後さらなる検討が必要である。

4・5 疲労き裂の発生および伝播

疲労寿命後の試験片には、断面積のおよそ60%以上を占める主き裂と、その近傍に軸方向に直角な数本の微小き裂が観察された。

A. Kocańdaら¹⁷⁾によれば、高速度鋼の高温低サイクル疲労において、き裂は、最表面あるいは、表面直下の一次炭化物の破壊、さらに特別な場合として表面の研磨傷や旧オーステナイト結晶粒界を起点として発生すると報告されている。また、岩永ら²¹⁾の実体ダイカスト金型におけるヒートチェック発生に関する詳細な観察結果によれば、き裂発生の起点は、使用中に発生したピットや波状模様、機械加工時の傷や圧痕さらに、型彫形状によるひずみ集中部などと報告されている。

そこで、疲労き裂の発生起点を探る目的で、疲労試験を中断した試験片の表面を走査型電子顕微鏡を用いて詳細に観察した。その結果、段階IIの前半には、まだ疲労き裂は観察されないが、段階IIの後半において、Fig.13(a)に示すような、幅約 $100\mu\text{m}$ 以下の荷重軸に直角方向に伸びた微小き裂が数本確認された。従って、Fig. 5 に示した段階IIIは、このように段階IIの終わりに発生した微小き裂が、試験片

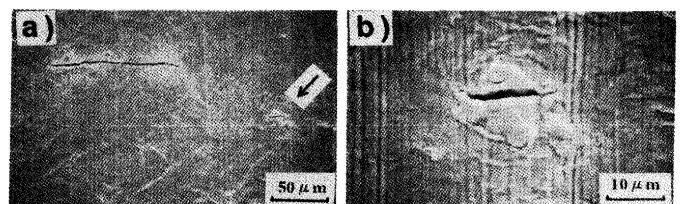


Fig. 13. Scanning electron micrographs of micro-cracks on specimen surface, fatigued at $\Delta\epsilon_f=1.5\%$, $N=334$ cycles. Photo. (b) is a magnified (a), and direction of applied stress is vertical to the crack.

円周方向および内部方向に成長し急速に伝播し、荷重低下した領域と考えられる。先にFig.7で示したように、これら初期微小き裂にはその中央付近に微小な酸化スケールが観察されることから、本試験での疲労き裂は、段階IIの後半で最表面に生成した微小酸化スケールの割れ(Fig.13(b))を起点に発生し、その内部に酸化スケールを生成させながら成長したものと推定される。この起点と推定される微小酸化スケールは、例えば、疲労過程末期に試験片最表面に発生したすべり帯の新生面を起点に優先的に生成したことが十分考えられる。従って、前述した炭化物の粗大化などの下部組織変化がすべり帯形成にどのように影響しているかは、疲労挙動を解明するにあたり非常に重要な課題と考えられ、今後、さらなる検討を試みたい。

5. 結論

熱間工具鋼SKD6を用いてひずみ制御による873Kでの高温低サイクル疲労試験を行い、疲労過程中的材質変化について微視組織学的に検討し以下の結論を得た。

(1) 繰り返し数の増加にともない応力振幅は変化し、次の3段階に分けられる。すなわち、負荷後数回の繰り返し数で応力値が上昇する領域(段階I)、その後繰り返し数の増加とともに応力が低下する領域(段階II)、および疲労寿命 N_f 直前において急激に応力が低下する最終領域(段階III)の3段階である。

(2) 繰り返しひずみにより硬さが、著しく低下する。この硬さ低下は、試験時間が長いほど、また $\Delta\epsilon_t$ が大きいほど著しい。疲労過程中的硬さ低下は、疲労中のマトリックスの動的回復および炭化物の凝集粗大化に起因している。

(3) 疲労き裂は、最表面に生成した微小酸化スケールを

起点とし、試験片軸に直角な方向、すなわち円周方向および試験片中心方向に成長することにより進展する。その発生時期は、段階IIの終わりごろであり、下部組織変化とすべり帯形成に影響されていると考えられる。

以上の結果から、熱間工具鋼の高温低サイクル疲労過程は、初期の加工硬化段階、それに続くマトリックスの強度低下と微小き裂の発生段階および、最後のき裂の急速伝播段階の3段階で構成されることが明らかとなった。

文 献

- 1) R.Ebara and K.Kubota: Steel Forgings ASTM STP, **903** (1986), p.583
- 2) 藤原達雄: 電気製鋼, **30** (1959), p.72
- 3) 藤原達雄: 材料, **13** (1964), p.611
- 4) 上原紀典, 並木邦夫, 高橋国男: 電気製鋼, **52** (1981), p.165
- 5) L.-Å.Norström, M.Svensson and N.Öhrberg: Metals Technology (1981), p.376
- 6) 宮田良雄, 辻 新次, 田中 武: 大阪府立工業技術研究所報告, **88** (1986), p.37
- 7) 奥野利夫, 中尾敦輔, 田村 庸: 日本ダイカスト会議論文集 I, (1990), p.25
- 8) 猿木勝司, 小川一義, 山田春彦: 材料, **38** (1989), p.1296
- 9) 山田春彦, 猿木勝司, 小川一義: 材料, **40** (1991), p.1303
- 10) E.Schuchtar: Theor.Appl.Fract.Mech., **9** (1988), p.141
- 11) H.Zhenhua and X.Jiexuan: Fatigue 90, (1990), I, p.469
- 12) 保前正夫, 関 勇一, 芦田善朗, 辻 克己: 鉄と鋼, **64** (1982), S1455
- 13) 江原隆一郎, 山田義和, 山田 保, 窪田勝昭: 材料, **36** (1987), p.513
942 (1988), p.576
- 14) 山崎善夫, 横幕俊典: 熱処理, **30** (1990), p.213
- 15) 北川正樹, 山口弘二: 鉄と鋼, **78** (1992), p.1431
- 16) A.Kocañda and S.Kocañda: Proc. 2nd Int. Conf. Low Cycle Fatigue, (1987), p.125
- 17) 金澤健二, 山口弘二, 小林一夫: 材料, **28** (1979), p.393
- 18) 奥野利夫: 鉄と鋼, **69** (1983), p.655
- 19) 神谷久夫, 上原紀典: 電気製鋼, **50** (1979), p.173
- 20) 岩永省吾, 榎原雄二, 小長哲郎, 中村元志, 神谷孝則: 材料, **36** (1987), p.604