

# SKD11型冷間工具鋼の強じん性の改善

深浦 健三\*・砂田 久吉\*・横山 嘉彦\*・寺本 克之<sup>2</sup>・横井 大円<sup>3</sup>・辻井 信博<sup>3</sup>

Improvement of Strength and Toughness of SKD11 Type Cold Work Tool Steel

Kenzo FUKAURA, Hisakichi SUNADA, Yoshihiko YOKOYAMA, Katsuyuki TERAMOTO, Daien YOKOI and Nobuhiro TSUJI

**Synopsis :** The strength and toughness of a newly developed 0.8C-8Cr cold work tool steel whose composition was controlled to suppress the precipitation of massive eutectic  $M_7C_3$  carbides were investigated with reference to microstructure and were compared with conventional SKD11. The toughness was evaluated by the area under the stress-strain curve. The tensile strength of the newly developed steel (designated as Mod.SKD11) is about 400MPa higher and the toughness is 1.8 times larger than that of SKD11 throughout a wide range of tempering temperatures. It is revealed from microstructure examination, the fracture surface observation and the estimation of the tensile stress required to generate cleavage crack within  $M_7C_3$  carbide based on Stroh's theory that superior mechanical properties of Mod.SKD11 are attributed to the refinement and homogeneous distribution of  $M_7C_3$  carbides that retards the crack generation and prevents the crack growth, respectively.

**Key words :** cold work tool steel ; tensile strength ; toughness ; fracture mechanism ;  $M_7C_3$  carbide ; secondary hardening.

## 1. 緒言

冷間工具鋼の寿命に対し重要な影響を及ぼす因子は、じん性と耐摩耗性であるが、両特性は一般的には相反する傾向を示す。工具鋼の材料選定は、主として、強度と耐摩耗性を中心に行われてきた。しかし、最近の塑性加工技術の急速な進歩から、量産化、高速化、自動化、精密化の要求に従って金型の使用条件は益々過酷になってきており、耐摩耗性と共にじん性をバランスさせた信頼性の高い冷間工具鋼の開発が急がれている<sup>1)</sup>。SKD11は、高C高Cr化により、耐摩耗性に優れた共晶炭化物 $M_7C_3$ を多量に分散させた代表的な冷間工具鋼である<sup>2,3)</sup>が、共晶炭化物は偏析・粗大化する傾向があるため、じん性は必ずしも高くはない。共晶炭化物を生成させなければ炭化物は冷却過程で $\gamma$ 粒界に均一微細に析出し、じん性が改善される可能性が高いと予想される。Fig. 1にFe-Cr-C系の8%および12%Crの切断状態図<sup>4)</sup>を示したが、共晶炭化物の析出を抑制するには、現用の12%Crでは炭素量を0.9%以下まで低減させるか、Cr量を8%程度まで低減させ炭素量も1.0%程度に抑える方法などが考えられる。実際にはMo、V、Si等の $\gamma$ 域閉鎖型元素が焼入性や焼戻し二次硬化を考慮して添加されるので、 $\gamma$ 相への炭素の最大固溶量は上記した数値より少くなり、いずれの鋼種に対しても炭素量は0.8%程度が限度であると考えられる。

本研究は冷間工具鋼の強じん化を目的としているが、省資源の観点から、後者の考えに基づいて作製した0.8C-8%Cr鋼の微細組織と引張特性との関連性を追究するとともに従来鋼のSKD11を比較材として用い検討した。

## 2. 実験方法

供試材のSKD11および強じん性の増大を目的としたMod.SKD11の化学組成をTable 1に示す。Mod.SKD11の組成の決定に当たっては、熱処理ひずみが小さいこと、つまり従来鋼とほぼ同等のCCT曲線及び $M_s$ 点を有することを念頭におき、8%Crをベースとし添加元素量を種々変化させたものについてのCCT曲線を、検討した結果、表記の組成がこの条件を満たしていたので、これをMod.SKD11と称し実験に供した。なおFig. 1中の二点鎖線はSKD11及びMod.SKD11のC量を示している。SKD11は1398K、Mod.SKD11は1393Kで鍛練比286の熱間圧延を施した後、1143Kで球状化焼なましを行なった。焼入れ温度は両鋼とも1303Kで1.8ks保持後空冷した。焼戻しは473K～873Kの各温度で3.6ks保持後、空冷した。残留オーステナイト相の分解と組織の安定化のため焼戻しは2回施した。組織観察用腐食液にはメチルアルコール40ml+硝酸5ml+塩酸5ml+ピクリン酸0.5gの混合溶液を用いた。炭化物の粒子径、粒子間距離および面積率は画像処理装置を用いて算出した。またア

平成9年7月25日受付 平成9年11月14日受理 (Received on July 25, 1997; Accepted on Nov. 14, 1997)

\* 姫路工業大学 (Himeji Institute of Technology, 2167 Shosha Himeji 671-22)

\* 2 姫路工業大学大学院生 (Graduate Student, Himeji Institute of Technology)

\* 3 山陽特殊製鋼(株)技術研究所 (Technical Research Laboratories, Sanyo Special Steel Co., Ltd.)

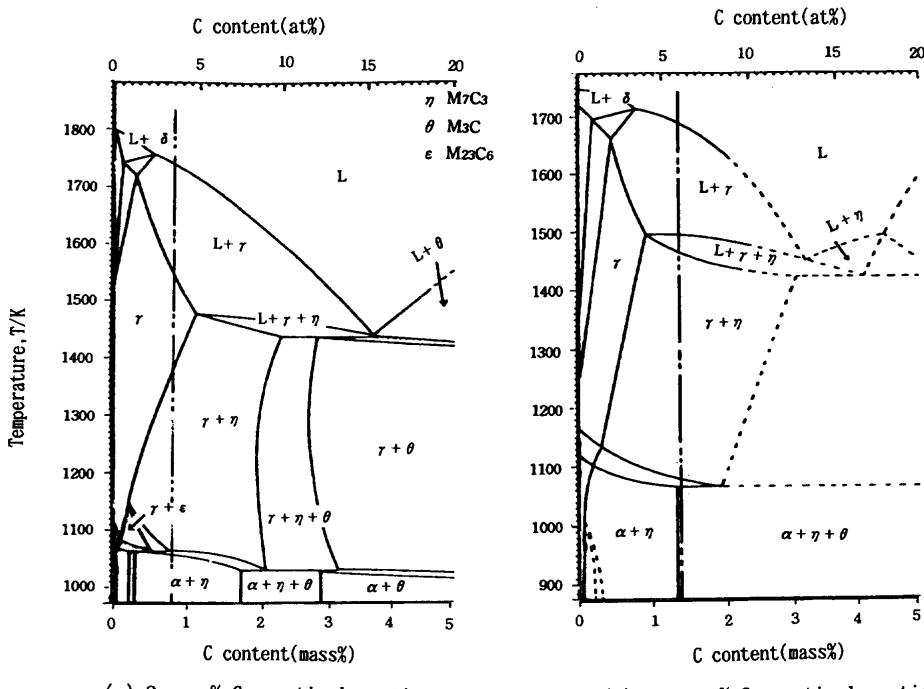


Fig. 1. Phase diagrams of Fe-Cr-C system. Sections are at 8mass% and 12mass%Cr.

Table 1. Chemical compositions of SKD11 and Mod.SKD11 used in this study.

Steels	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	P	S
SKD11	1.41	0.24	0.41	11.10	0.80	0.23	0.023	0.001
Mod.SKD11	0.80	0.88	0.39	8.10	1.90	0.52	0.022	0.001

セチルアセトンとメタノール混合液中で析出物を電解抽出し、X線回折装置によって定性分析を行った。X線源はCuK $\alpha$ であり、管電圧、管電流はそれぞれ40kV, 200mAであった。さらにX線マイクロアナライザーによって粗大炭化物の組成分析と引張破面の面分析を行った。残留オーステナイト量( $V_{\text{R}}$ )はオーステナイト相とマルテンサイト相からのX線回折線の積分強度から算出した<sup>5)</sup>。

測定条件は上述の定性分析の際の条件と同じである。硬度測定はビッカース硬さ試験機を用い、測定荷重294N、負荷時間15sを行った。引張試験は室温大気中において初期ひずみ速度 $8.3 \times 10^{-4}/\text{s}$ の条件で実施した。引張試験片は平行部長さ10mm、径 $\phi$  4 mmの丸棒試験片である。摩耗試験は大越式摩耗試験機を用い、摩耗速度を0.5, 1.0, 2.5m/sと変化させた。最終荷重は62Nである。相手材はSCM420で、無潤滑の条件で試験を行った。両鋼は硬度が60HRCとなるよう熱処理を施し、比摩耗量でもって耐摩耗性を評価した。

### 3. 実験結果および考察

#### 3・1 組織観察

Fig. 2に焼入れ材の組織写真を示す。旧オーステナイト粒界の平均粒径はSKD11およびMod.SKD11でそれぞれ5.3,

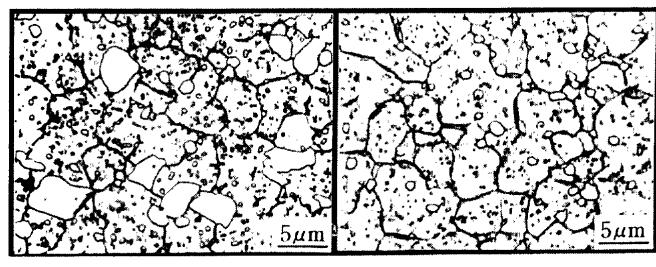


Fig. 2. Microstructures of as-quenched SKD11 and Mod.SKD11.

6.9μmである。後者の方が多少大きくなっているのは、後述する炭化物量が前者に比べ少ないと原因していると考えられる。その他、いずれの試料にも白色の粗大な塊状析出物と、黒色の微細球状析出物が観察される。これら析出物を電解抽出しX線回折測定した結果をFig. 3に示す。鋼種によらず析出物は $M_7C_3$ および $M_{23}C_6$ 炭化物であり、焼戻し温度による変化は認められない。塊状炭化物をX線マイクロアナライザーにより組成分析した結果、Fe : 27.5, Cr : 37.0, V : 1.3, Mo : 1.0, C : 33.2at%の組成比を持っており、(Fe, Cr)<sub>7</sub>C<sub>3</sub>系炭化物であることがわかった。その粒子径を測定した結果をFig. 4に示すが、SKD11とMod.SKD11の平均炭化物粒径はそれぞれ5.3, 2.5μmであり、標準偏差はそれぞれ3.9, 2.4μmであった。低C, Cr化によって共晶炭化物の析出を抑制することで炭化物は細かく整っていることがわかる。一方、球状微細炭化物を電解抽出しTEM-EDSにより組成分析を試みたが、炭化物中の炭素濃度の変動は大きく、同定するまでには至らなかったが、X線回折の結果から $M_{23}C_6$ と推定される。 $M_7C_3$ 炭化物の粒

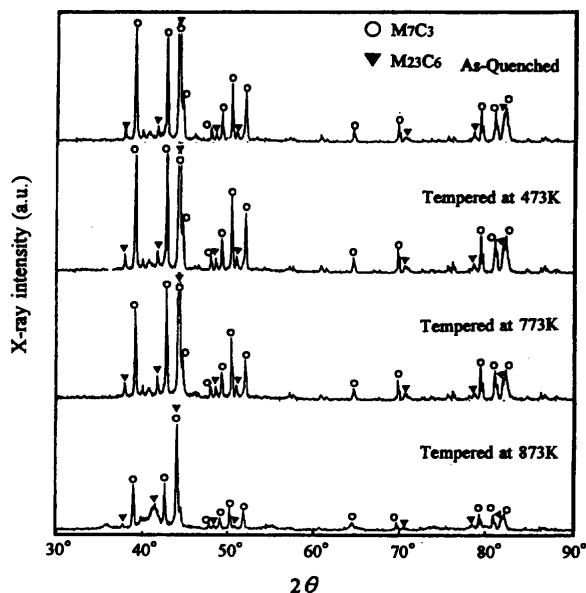


Fig. 3. X-ray diffraction patterns of Mod.SKD11.

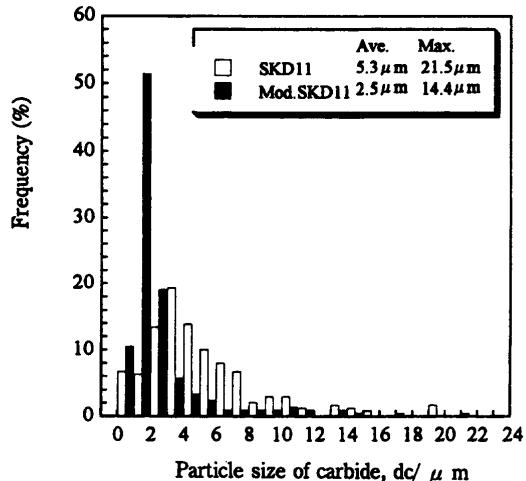


Fig. 4. Distribution of carbide particle sizes for SKD11 and Mod.SKD11.

子径および面積率の焼戻し温度による変化をFig. 5に示すが、いずれの鋼種も焼戻し温度によらずほぼ一定値を示しており、その値はMod.SKD11の方がかなり小さい。Fig. 6は焼入れ材の $M_7C_3$ 炭化物の縁から縁までの最近接距離をヒストグラムで表したものである。SKD11およびMod.SKD11の炭化物間平均距離はそれぞれ3.1, 5.3 $\mu m$ であり、標準偏差はそれぞれ1.28, 2.35 $\mu m$ であった。これらから前者の材料中の炭化物は偏在、密集して存在していることがわかる。このようにSKD11では液相から炭化物が直接析出するため著しく偏析しており、それは熱間加工によっても容易に解消されないことがわかる。さらにじん性に関係すると考えられている $V_{\gamma R}$ の焼戻し温度依存性を調べた結果をFig. 7に示す。SKD11, Mod.SKD11焼入れ材の $V_{\gamma R}$ はそれぞれ25, 13%であり、650Kまでは変化しないが、それ以上の温度で両鋼とも $V_{\gamma R}$ は急減し、800K付近ではほぼ完全に分解している。SKD11鋼の方が $\gamma_R$ 量が多いのは、焼入れ時のオース

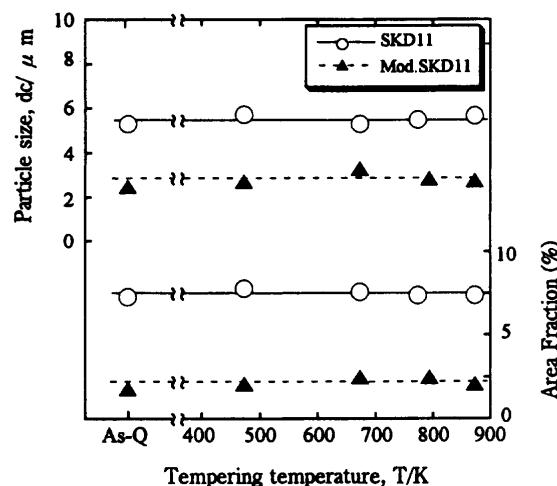
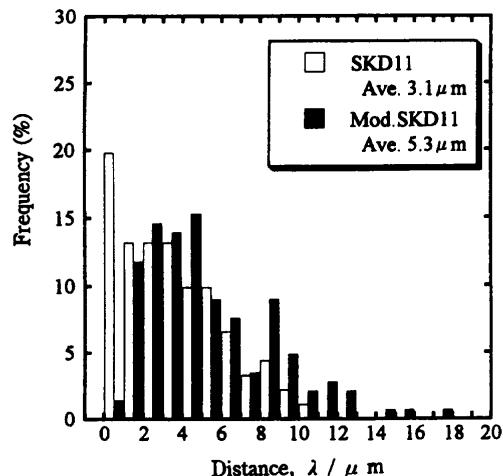
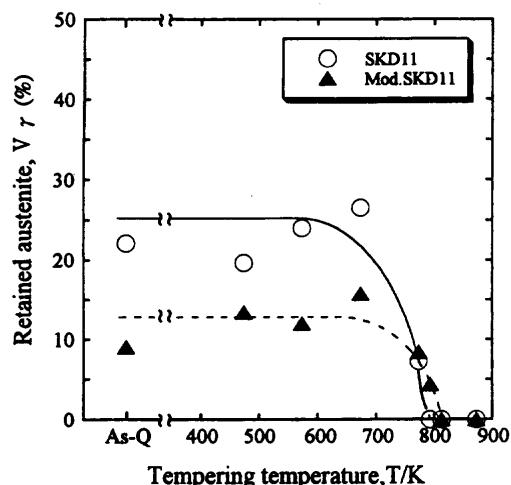
Fig. 5. Changes in particle size and area function of  $M_7C_3$  with tempering temperature.Fig. 6. Distribution of interparticle distance of  $M_7C_3$ .

Fig. 7. Change in retained austenite volume fraction with tempering temperature for SKD11 and Mod.SKD11.

テナイト相へのCr, Cの溶け込み量が大きく $M_s$ 点が若干低化しているためと考えられる。以上の組織観察および組織の統計処理結果からMod.SKD11は $\gamma_R$ 量は少ないが、 $M_7C_3$

炭化物はSKD11に比べると微細で一様に分散している組織を有していることから強じん性の向上が期待される。

### 3・2 硬さ試験

Fig. 8 に両鋼の焼戻し温度による硬さ変化を示す。焼戻し温度の上昇に伴い徐々に軟化するが、約650Kを境にそれ以上で両鋼種とも硬化し、SKD11は773K、Mod.SKD11では793Kで二次硬化のピークを示した後、急激に軟化している。両鋼を比較すると、焼入れ時にはSKD11の方が<sup>5</sup>50HV程硬いが<sup>5</sup>、500~700Kの温度範囲ではほぼ同等の硬度を示している。また二次硬化温度での硬さは逆にMod.SKD11の方が約30HV大きくなっている。Mod.SKD11での二次硬化ピーク位置の高温側への移行およびピーク高さの増大は、Mod.SKD11にはV、MoがSKD11よりも多く添加されていることから、M<sub>2</sub>C炭化物析出温度よりも高温で析出すると云われている<sup>6</sup>VCやMoCなどのMC炭化物がより多く析出したためと考えられる。ところで冷間工具鋼の700~800Kでの二次硬化にはγ<sub>R</sub>のマルテンサイト化が支配的影響を及ぼすことが指摘されている<sup>7</sup>。Fig. 7 に示した様にγ<sub>R</sub>の分解は650Kで開始し800Kで終了しており、丁度二次硬化を示す温度域と符号している。もし二次硬化にγ<sub>R</sub>の分解が支配的であるとしたら、γ<sub>R</sub>量が2倍多いSKD11の方が硬化が顕著であるはずであるが結果は逆であること、また室温~700Kまでの急激な軟化にγ<sub>R</sub>は全く関与していないことを考慮すると、二次硬化域での硬度変化は母相でのMo、V等の特殊炭化物反応に敏感であるといえる。

### 3・3 引張試験

Fig. 9 に引張強さ、降伏点および破断伸びの焼戻し温度依存性を示す。焼戻し温度の上昇に伴い巨視的ひずみの除去、不安定残留γ相の分解あるいは転位上への炭素の固着等によって引張強さ、降伏点は増加し、両鋼とも二次硬化のピークを示す焼戻し温度で最大値を示した後、それ以上の温度で著しく軟化し、破断伸びが急増している。全温度域でMod.SKD11の引張強さはSKD11のそれを約400MPa上

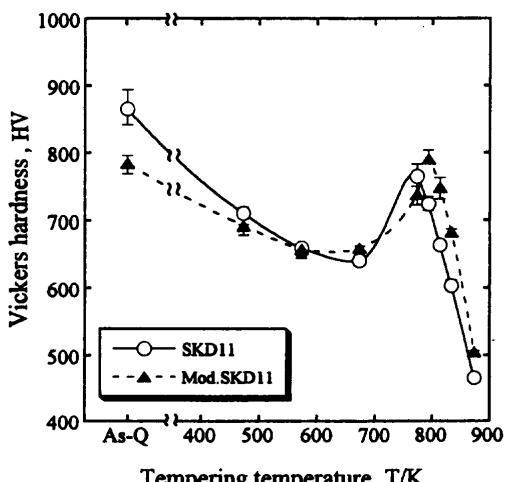


Fig. 8. Change in hardness with tempering temperature.

回っており、しかもSKD11の約2倍の破断伸びを示すなど強度、延性ともに改善されている。このことは、じん性の著しい向上を示唆している様に思われる。一般に材料のじん性は亀裂の発生と成長に対する抵抗力の大きさの目安と定義され、定量的には引張試験で得られる応力-ひずみ曲線の下側の面積、つまり単位体積当たりの仕事量で評価される<sup>8</sup>。そこで両鋼の焼戻し温度によるじん性の変化をFig.10に示す。低温焼戻しによりじん性は増加するが、500K以上では焼戻し脆性の影響を受けるため徐々に低下し、強度ピークを示す温度付近で極小となり、それ以上の温度で再び増加している。じん性の焼戻し温度による変化の様子は両鋼で変わりはないが、全温度域でMod.SKD11のじん性値

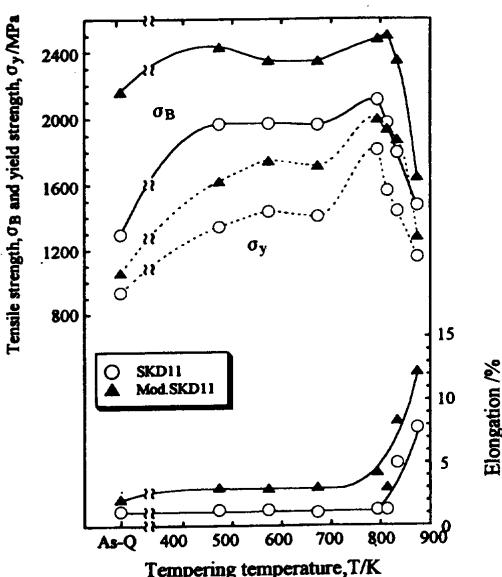


Fig. 9. Change in yield strength, tensile strength and fracture elongation with tempering temperature.

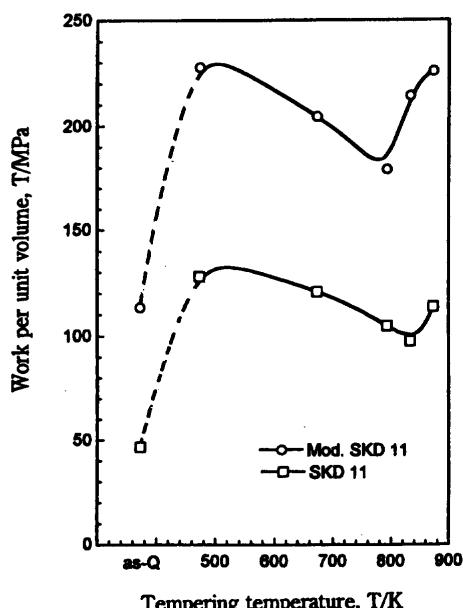


Fig. 10. Relation between tempering temperature and toughness.

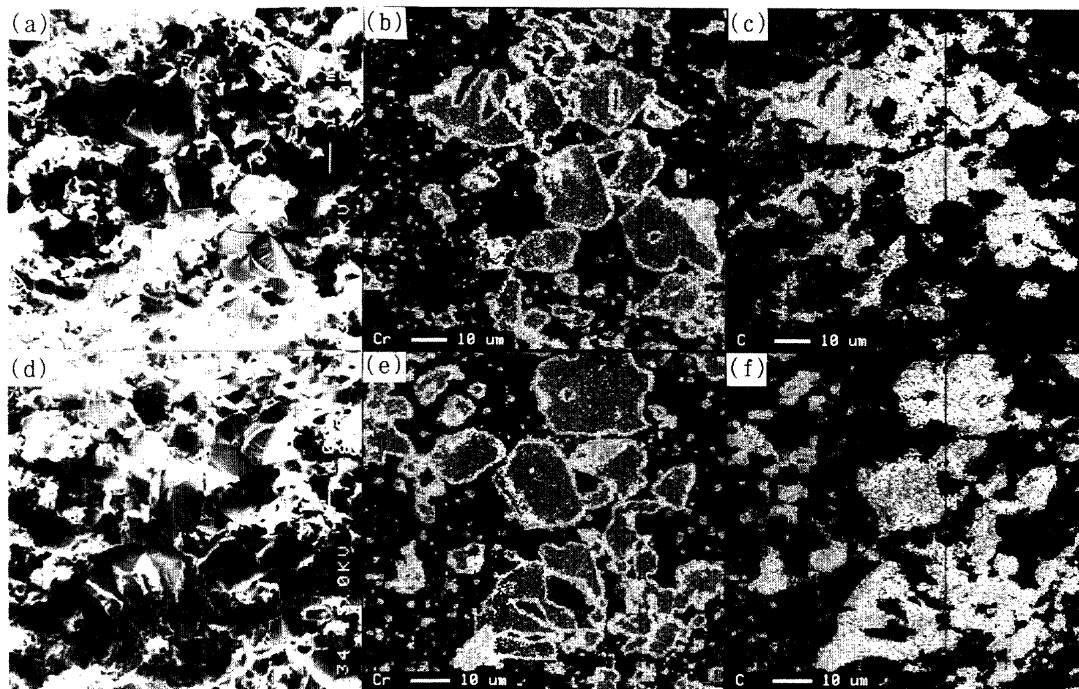


Fig. 11. SEM matching fractographs(a,d) and X-ray mapping of Cr (b,e) and C (c,f) at the root of tensile fracture for SKD11 tempered at 473K.

はSKD11の約1.8倍となっており、じん性の著しい改善が認められる。この原因を明らかにするため引張破面の検討を行うとともにマイクロクラック発生に関するStrohの理論式を適用することで炭化物の破壊応力を試みた。

Fig.11にはMod.SKD11の473K焼戻し材の引張破壊起点部のマッキング写真とCr, CのX線像を示す。これより破壊起点部には粗大なM<sub>7</sub>C<sub>3</sub>型炭化物が多く存在していることがわかる。また亀裂は炭化物自身の割れにより生じていることは明らかである。SKD11も同様の破面様相を示しており、また焼戻し温度の違いによる破壊形態の変化はほとんど認められなかった。

そこでM<sub>7</sub>C<sub>3</sub>炭化物のへき開破壊応力を、障壁に転位が堆積することによって割れが生じるとするStrohのモデルに基づいて算出することを試みた。Strohの式<sup>9)</sup>は、

$$\tau_c = \left( \frac{3\pi\gamma\mu}{8(1-\nu)L} \right)^{1/2} \quad \dots \dots \dots (1)$$

で表せられる。ここで $\tau_c$ はすべり面上のせん断応力、 $\gamma$ ,  $\mu$ ,  $\nu$ はそれぞれM<sub>7</sub>C<sub>3</sub>炭化物の表面エネルギー、剛性率、ポアソン比である。Lはすべり帯の長さである。 $L = d/4$ ,  $\sigma_c = 2\tau_c$ であるので<sup>9)</sup>、炭化物を破壊するに要する引張強さ $\sigma_c$ は

$$\sigma_c = \left( \frac{6\pi\gamma\mu}{1-\nu} \right)^{1/2} d^{-1/2} \quad \dots \dots \dots (2)$$

と表せられる。dは結晶粒径の大きさである。 $\gamma_{M_7C_3}$ の大きさは実測されていないが<sup>9</sup>,  $\alpha$ 鉄<sup>10)</sup>の約1/2と言われている<sup>11-13)</sup>ことから $\gamma_{M_7C_3} = 2.26 \text{ J/m}^2$ とおく。 $\mu_{M_7C_3}$ の値も不明であるが、

縦弾性率は融点と密接な関係を持っていることが知られている<sup>14)</sup>。炭化物に関する既存のデータ<sup>15)</sup>を基に調査した結果、非常に大まかではあるが $E = 70(T_m + 1130)$ の関係があることがわかった。Eの単位はMPa, T<sub>m</sub>は溶融温度である。M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>の溶融温度は1938K、剛性率は $\mu = E/2(1+2)$ であり、 $\nu_{M_7C_3} = 0.3$ と仮定できるので、結局 $\mu_{M_7C_3} = 8.3 \times 10^4 \text{ MPa}$ と見積もれる。dは旧オーステナイト粒径の約1/3である<sup>16)</sup>ので $2.3 \mu\text{m}$ と置く。これらの数値を式(2)に代入すると、 $\sigma_c = 1480 \text{ MPa}$ となる。この大きさはSKD11鋼の低温焼戻し材の降伏点に非常に近い値であり、粗大炭化物が割れて微視亀裂が発生する応力は降伏応力にほぼ等しいと一般的にいわれている<sup>17)</sup>ことから、計算値は妥当な値と考えられる。つまり、降伏点近くの応力負荷によりM<sub>7</sub>C<sub>3</sub>炭化物が割れて亀裂となり、それらが連結することにより亀裂は成長して破断に至ると考えられる。もし炭化物粒子が大きければ、それへの転位堆積の確率が増し、低応力でも容易に割れが発生し、しかも炭化物粒子間距離が小さければ亀裂の連結も容易で、亀裂の成長が加速度的に大きくなる。両鋼の引張強さやじん性の差は結局、炭化物粒子径とその分散度の差を直接反映していると考えられる。以上のことから引張破壊の模式図はFig.12のように示すことができる。

これまで炭化物析出量の強度特性に及ぼす影響については触れてこなかったが、炭化物は分散強化因子としての働きをすると同時に破壊の引き金役にもなることは明らかである。このことから、より高強じん性を得るために、炭化物の微細化と均一分散化以外に、その析出量についての適正値があると考えられるので今後の詳細な検討が急がれる。

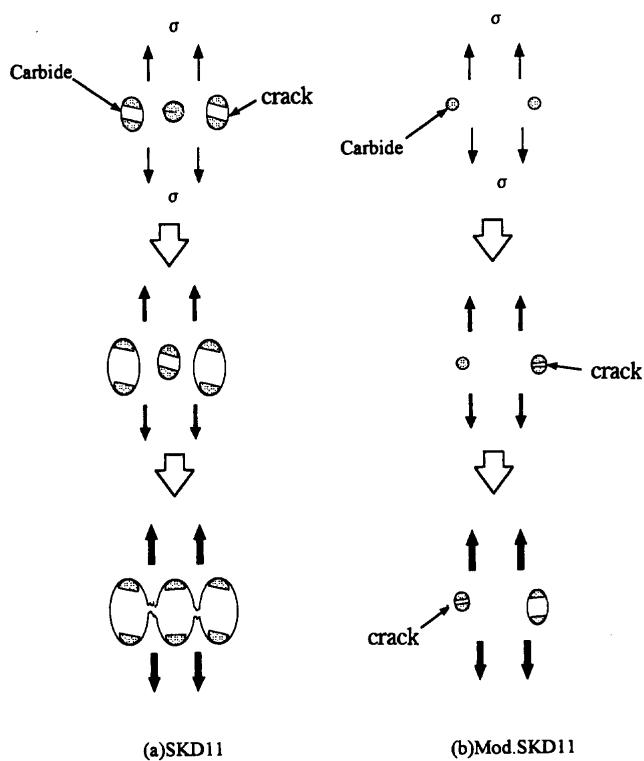


Fig. 12. Schematic drawing of the mechanism of cleavage crack formation and their growth under tensile stress.

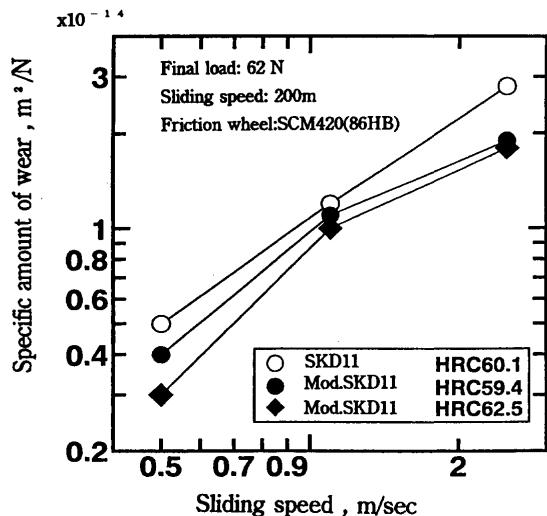


Fig. 13. Variation of specific amount of wear with sliding speed for SKD11 and Mod.SKD11.

### 3・4 摩耗特性

Fig. 13にはSKD11およびMod.SKD11の60HRCレベルでの耐摩耗性を調べた結果を示している。両鋼とも摩耗速度が大きくなるにつれ比摩耗量が指数関数的に増加していること、若干ではあるがMod.SKD11鋼の方が耐摩耗性にも優れている事が分かる。粗大炭化物量の多いSKD11鋼の方が耐摩耗性に対しては優位と思われたが、この結果を見る限り

そうとも言えない。その理由については今のところ不明であるが、摩耗面の観察とM<sub>23</sub>C<sub>6</sub>を含む総炭化物量の測定およびマトリックスの組成や特殊炭化物析出挙動などを総合的に検討する必要がある。

## 4. 結言

CrとC添加量を低減させた冷間工具鋼の微細組織および機械的特性を検討した結果、従来鋼に比べ強度、延性、じん性、耐摩耗性が共に優れていることが明らかとなった。得られた結果をまとめると以下のようなになる。

(1) 低C低Cr化により炭化物量は減少するが、M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>型炭化物は微細化し均一分散した。

(2) Mo, Vの增量添加により二次硬化のピーク硬さが約30HV高くなり、ピークを示す焼戻し温度は約20K高温側へ移行した。

(3) 破壊は粗大なM<sub>7</sub>C<sub>3</sub>型炭化物の割れを起点とし、炭化物の割れを連結するように破壊が進行することが分かった。M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>型炭化物がへき開割れを生じる応力は鋼の降伏点付近の応力であることをStrohの破壊理論式を用いることによって推定することができた。

(4) そのことから、M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>型炭化物の微細化とその一様分散が実現したMod.SKD11は、炭化物の割れ発生応力の上昇と亀裂成長抑制効果によって、強じん性が著しく向上していることを明らかにした。

## 文 献

- 1) 阿部源隆、中村秀樹、調 英夫：日本金属学会会報、25 (1986), 438.
- 2) 辻井信博、阿部源隆：Sanyo Technical Report, 2 (1995), 77.
- 3) 藤吉敏夫：素形材の組織、素形材センター、日刊工業新聞社、東京、(1988), 181.
- 4) 門間改三：鉄鋼材料学、実教出版、東京、(1989), 204.
- 5) X線回折の手引改訂4版、理学電機(株)編、東京、(1991), 58.
- 6) H.Fishmeister：日本金属学会第114回大会講演概要、(1994), 227.
- 7) 松田孝紀、須藤興一、常陸美朗：電気製鋼、60 (1989), 311.
- 8) C.R.Barrett, W.D.Nix and A.S.Tetelman: The Principles of Engineering Materials, Prentice-Hall, New Jersey (1973), 209.
- 9) 井形直弘：材料強度学、培風館、東京、(1983), 169.
- 10) 橋口隆吉、近角聰信編：結晶の強度、朝倉書店、東京、(1968), 235.
- 11) G.A.Chadwick and D.A.Smith: Grain Boundary Structure and Properties, Academic Press, London (1976), 361.
- 12) 田村今男、堀内 良：材料強度物性論、オーム社、東京、(1984), 17.
- 13) 材料強度の原子論、日本金属学会編、仙台、(1985), 209.
- 14) 井形直弘：材料強度学、培風館、東京、(1983), 17.
- 15) 金属データブック、日本金属学会編、丸善、東京、(1974), 126, 127, 141.
- 16) 牧 正志、田村今男：日本金属学会シンポジウム、マルテンサイト変態とその応用、日本金属学会編、仙台、(1983), 5.
- 17) 宮川大海、坂木庸晃：金属学概論、朝倉書店、東京、(1996), 212.