

冷間金型鋼の疲労寿命に及ぼす二次炭化物粒径の影響

吉田 潤二*・勝亦 正昭*²・山崎 善夫*³

Effect of Particle Size of Secondary Carbide on Fatigue Life in Cold Die Steel

Junji YOSHIDA, Masaaki KATSUMATA and Yoshio YAMAZAKI

Synopsis : It has been known that mechanical properties of die steels are affected by carbides, especially primary carbides of which shape is coarse and rod-like. It appears that relatively large and spherical secondary carbides which precipitates in austenite, also influence mechanical properties. The effect of the particle size (diameter) of secondary carbide on the fatigue life of JIS SKD11 die steels was studied by tension-compression fatigue tests with stress amplitude between 1.1 and 1.8 GPa and frequency of 0.17 Hz. The diameter of secondary carbides was changed by soaking time at 1100°C under the constant width of primary carbide. The fatigue life decreased with an increase in the diameter of secondary carbide. The effect of diameter of secondary carbide on fatigue life depended on stress amplitude in fatigue tests. It became larger in low stress amplitude. This shows that fatigue life is mainly influenced by primary carbide in high stress amplitude and by both primary and secondary carbides in low stress amplitude. The relationship between fatigue life, N , at stress amplitude of 1.1 GPa and the diameter, $d/\mu\text{m}$, of secondary carbide was shown by the following equation: $\log N = 4.04 - 0.48d$. The fraction of carbides with void, which was observed after fatigue tests, increased in steels with large secondary carbide. Voids were initiated at all of secondary carbides more than 3 μm in diameter and no of carbides less than 1 μm . Tensile strength also decreased with an increase in the diameter of secondary carbide. Voids were initiated at interfaces between secondary carbides and matrix in plastic deformation of tensile test. Tensile stress for void initiation was inversely proportional to the square root of the diameter of secondary carbide.

Key words: dies for cold working; tool steel; JIS SKD11 steel; secondary carbide; tension-compression fatigue test; tensile test; void.

1. 緒言

冷間金型の寿命は、主に疲労による破壊と摩耗による破損のいずれかにより決まることが知られている¹⁾。最近、精密加工用冷間金型においては、被加工材の高強度化により、被加工材の加工に直接かかわる金型の刃先に高応力が加わるため、疲労破壊による著しい寿命低下が問題となっている。

金型を含む工具鋼の疲労寿命は鋼中に含まれる炭化物、特に一次炭化物と密接な関係にあることが知られている²⁻⁵⁾。前報⁵⁾では、冷間金型の寿命は鋼中の一次炭化物の幅と密接な関係にあることを示した。一方、二次炭化物は一次炭化物に比べ、その大きさは小さいため金型の寿命に及ぼす二次炭化物の影響は一次炭化物のそれと比べ小さいと考えられるが、オーステナイト中で析出する二次炭化物には直径数 μm のものもあり、その影響は無視できない可能性があると考えられる。また、二次炭化物は鍛造や熱処理の条件により大きさが変化するので、凝固過程でその大きさの決まる一次炭化物よりも金型の製造工程において大きさは変化しやすい。しかしながら、高強度の被加工材に用いられる精密加工用冷間金型鋼のみならず、従来強度の

材料を加工する金型鋼を含め、二次炭化物と疲労寿命の関係は明かにされていない。そこで、本研究では、冷間金型材としてよく使用される JIS 規格の SKD11 鋼を用い、金型寿命に及ぼすオーステナイト中で析出する比較的粗大な二次炭化物粒径の影響を調査した。

2. 実験方法

2.1 供試材及び熱処理

本実験に用いた供試材は SKD11 相当の 1.43% C-0.29% Si-0.39% Mn-0.025% P-0.004% S-11.37% Cr-0.86% Mo-0.25% V 鋼である。40 t 電気炉で溶解し、3 t 鋼塊とした後、分塊、圧延により 50 mm 厚材 (C1 材) とした。C1 材を 1100°C に 3 h (C2 材)、10 h (C3 材) 加熱し、一次炭化物の形状と量を変化させずに、二次炭化物の大きさを変化させた。その後、実際の冷間金型と同一硬さにするため、供試材を 1020°C 加熱-空気焼入し、510°C 焼戻しを二回行い、ロックウェル硬度 HRC60 に調質した。

2.2 材料試験及び組織観察

熱処理後の供試材から、直径 5.3 mm、ゲージ長さ 20 mm の試験片を圧延方向から切り出し、ラッピング仕上げを行

平成 10 年 3 月 5 日受付 平成 10 年 6 月 4 日受理 (Received on Mar. 5, 1998; Accepted on June 4, 1998)

* 神戸製鋼所加古川製鉄所 (現: 日本高周波鋼業 (株)) (Kakogawa Works, Kobe Steel, Ltd., now Hippon Koshuha Steel Co. Ltd.)

* 2 神戸製鋼所加古川製鉄所 (Kakogawa Works, Kobe Steel, Ltd., 2222-1 Ikeda Onoe-cho Kakogawa 675-0023)

* 3 日本高周波鋼業 (株) 技術開発部 (Technical Development Department, Nippon Koshuha Steel Co. Ltd.)

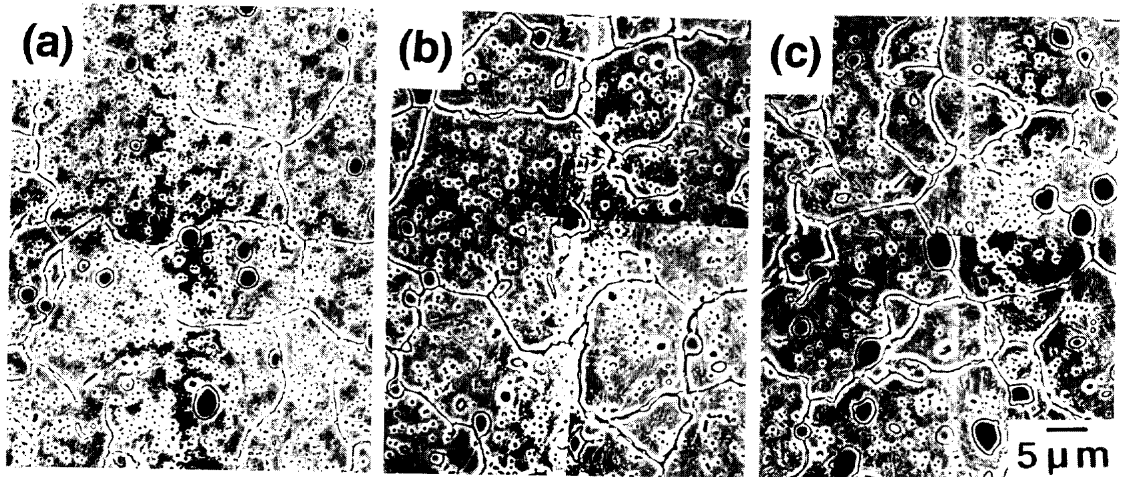


Fig. 1. Scanning electron micrographs of secondary carbide in Steels (a) C1, (b) C2 and (c) C3 which were austenitized at 1020°C and air-cooled. Steels C2 and C3 were soaked at 1100°C for 3 and 10 h, respectively, before heat treatment at 1020°C.

った後、引張-圧縮疲労試験及び引張試験を行った。試験はコンピューター計測制御式万能試験機を用い、室温で行った。引張-圧縮疲労試験は平均応力0の定応力振幅両振り試験を0.17 Hzで、引張試験は6 mm/minの引張速度で行った⁵⁾。また、引張試験においては破断前の種々の応力まで負荷した試験も実施した。歪は試験片に取りつけた歪ゲージで測定した。

1020°C加熱-空気焼入した試験片の組織を走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて主に二次炭化物を観察した。炭化物の体積率及び大きさをSEM写真から、画像解析装置を用いて求めた。二次炭化物の大きさは円の直径として計算した。また、疲労試験後の破面及び破面直下の組織をSEM観察した。さらに、種々の応力まで負荷した引張試験片の組織をSEM観察した。

3. 実験結果及び考察

3.1 炭化物粒径

SKD11の炭化物は、 M_7C_3 型と $M_{23}C_6$ 型により構成されている⁶⁾。Crを12%含むFe-C系状態図などから、溶湯中で晶出する一次炭化物は M_7C_3 型、オーステナイト中で析出する二次炭化物は M_7C_3 型と $M_{23}C_6$ 型の二種類で構成されていることがわかる^{6,7)}。さらに、フェライト中では微細な M_7C_3 型と $M_{23}C_6$ 型の二次炭化物が析出する⁶⁾。熱力学ソフトウェア Thermo-Calc⁸⁾による計算から本供試材では M_7C_3 型一次炭化物は1252°Cでオーステナイトと共晶析出を開始する。1245°Cで凝固が完了し、オーステナイト中に析出する M_7C_3 型二次炭化物は凝固完了直後から、 $M_{23}C_6$ 型二次炭化物は902°Cから析出を開始する。本計算結果から、1020°C加熱-空気焼入した試験片では、主に M_7C_3 型一次炭化物と M_7C_3 型二次炭化物が観察されることが予測される。

Fig. 1にC1, C2, C3材の1020°C加熱-空冷焼入材の二次

Table 1. Volume fraction and size of carbides in steels.

Steel	Secondary carbides		Primary carbides	Total carbides
	Vf	d	Vf	Vf
C1	7.5	1.42	7.2	14.8
C2	7.9	1.81	7.0	14.9
C3	7.8	2.79	6.9	14.7

Vf: volume fraction (%), d: average diameter (μm)

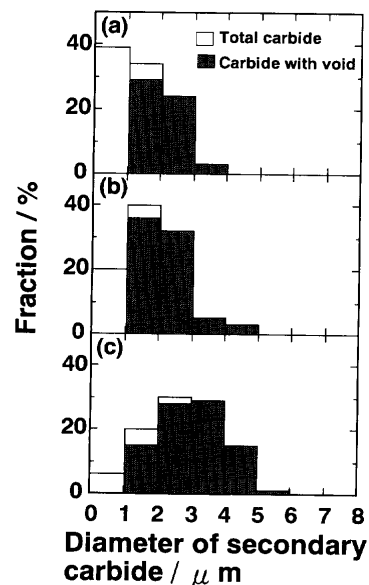


Fig. 2. Distribution of diameter of secondary carbides in Steels (a) C1, (b) C2 and (c) C3. Dark areas show secondary carbides with void after fatigue test (stress amplitude=1.1 GPa and frequency=0.17 Hz).

炭化物のSEM観察結果を示す。二次炭化物の大きさはC3材が最も大きく、C2材、C1材の順に細くなる。Fig. 2にSEM写真から測定した二次炭化物の粒径分布を示す。C1材の二次炭化物は4 μm 以下で、0~1 μm の炭化物が最も多い。C2材の二次炭化物は5 μm 以下で、1~2 μm の炭化物が最も多く、C3材の二次炭化物は6 μm 以下で、2~4 μm

の炭化物が多い。Table 1はFig. 2の結果から二次炭化物の体積率と平均粒径を求めた結果である。二次炭化物の体積率は7.5~7.9%と供試材間でほとんど差がない。二次炭化物の平均粒径はC3材が最も大きく、C2材、C1材となるに従い小さくなる。Table 1中には一次炭化物の体積率も示してあるが、C1、C2、C3材ともに一次炭化物の体積率は6.9~7.2%とほとんど差が見られない。

3・2 疲労寿命に及ぼす二次炭化物粒径の影響

Fig. 3にC1、C2、C3材の引張-圧縮疲労試験結果を示す。二次炭化物の平均粒径の最も小さいC1材の疲労寿命が最も長く、平均粒径が大きくなると疲労寿命は短くなる。この傾向は低応力振幅側で顕著になる。Fig. 4は各応力振幅レベルにおける疲労寿命と二次炭化物粒径の関係を示す。疲労寿命-二次炭化物粒径の関係は直線関係にあり、高応力振幅ほどこの傾きが小さくなる。この結果は、高応力振幅を受ける金型の疲労寿命ほど二次炭化物粒径の影響が小さいことを示している。高応力振幅ほど一次炭化物粒径の影響が支配的となり、一次炭化物から発生した割れが母相に進展すると同時あるいは比較的短時間で破壊する⁵⁾ため、二次炭化物粒径の影響が小さくなると考えられる。1.1 GPaの応力振幅における疲労寿命、 N 、と二次炭化物の

平均粒径、 $d/\mu\text{m}$ 、の関係は(1)式で示される。

$$\log N = 4.04 - 0.48d \dots\dots\dots(1)$$

最近の精密加工用金型は、加工材の高強度化に伴い刃先に1.65 GPa程度の応力が加わる⁵⁾ので、金型寿命に及ぼす二次炭化物粒径の影響は小さいと考えられる。一方、従来強度の材料を加工する金型では0.8~1.3 GPaの応力で使用されることがある⁹⁾ので、金型寿命は一次炭化物の影響はもちろんのこと、二次炭化物の影響も受けると考えられる。

3・3 疲労試験片の破面及び破面近傍の組織

C1材を1.1 GPaで疲労試験した試験片の破断面をSEM観察した結果をFig. 5、6に示す。Fig. 5から、試験片表面近傍には一次炭化物が多数観察され、一次炭化物が破壊起点となっていることがわかる。また、試験片内部の破面上にも一次炭化物が観察され、亀裂が一次炭化物間を進展してい

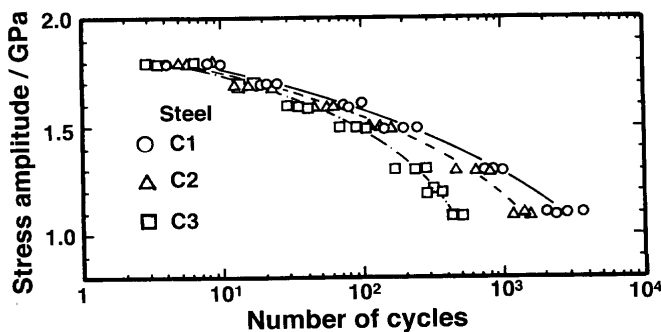


Fig. 3. Effect of average diameter of secondary carbide on fatigue properties in Steels C1, C2 and C3.

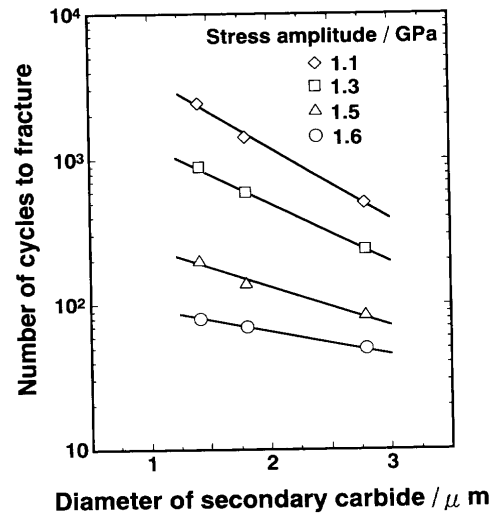


Fig. 4. Relationship between number of cycles to fracture and average diameter of secondary carbide.

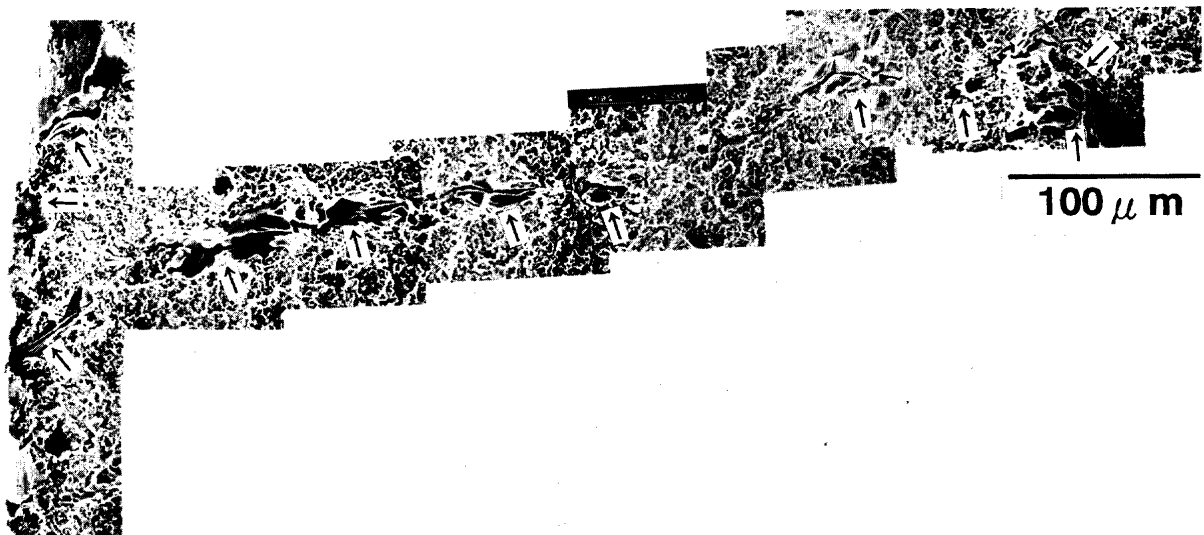


Fig. 5. Scanning electron fractograph from surface to inside in Steel C1 fatigue fractured at stress amplitude of 1.1 GPa. Arrows show primary carbides.

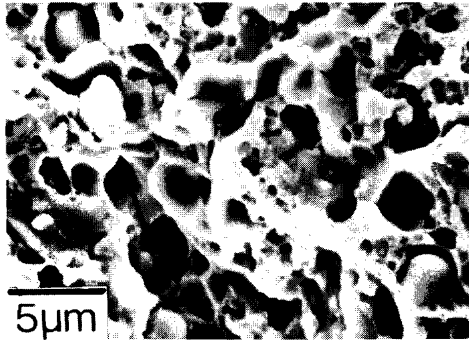


Fig. 6. Scanning electron fractograph in Steel C1 fatigue fractured at stress amplitude of 1.1 GPa. Secondary carbides can be seen on dimples.

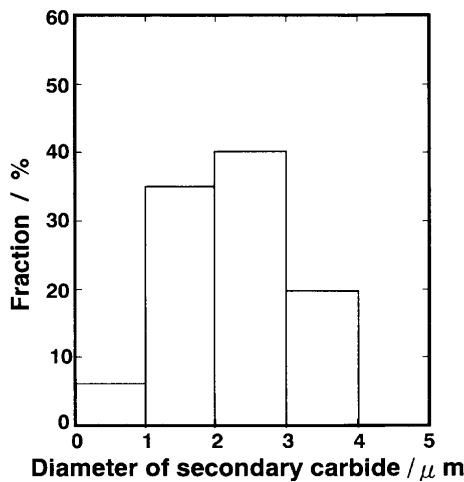


Fig. 7. Distribution of diameter of secondary carbides on fatigue fracture surface in Steel C1 (stress amplitude=1.1 GP).

き、破壊に至っていることがわかる。また、Fig. 6に示すように、一次炭化物間の破面のディンプル上には、二次炭化物が全面に渡って観察される。

C1材の破面上に観察される二次炭化物の粒径分布をFig. 7に示す。切断面上で観察した二次炭化物の粒径分布Fig. 2(a)と比較すると、炭化物粒径の分布が粗粒側に移動している。破面上に観察される二次炭化物の平均粒径は $2.23\ \mu\text{m}$ であり、切断面上で観察される二次炭化物の平均粒径 $1.42\ \mu\text{m}$ （二次炭化物を球と仮定して計算した平均真粒径は $1.72\ \mu\text{m}$ ）より粗大である。このことは、二次炭化物の中でも大きな二次炭化物が破壊に関与していることを示している。

疲労破面近傍の断面組織をFig. 8に示す。一次炭化物には、炭化物自体の割れ及び界面でのボイドが発生しているが、二次炭化物には炭化物の界面にボイドが発生している。Fig. 2中には、ボイドの発生した二次炭化物の割合も示してある。C1, C2, C3材ともに粗大な炭化物ほどボイドの発生比率が高く、 $2\ \mu\text{m}$ 以上の炭化物の大部分（ $3\ \mu\text{m}$ 以上の炭化物の全て）にボイドが発生している。また、 $1\ \mu\text{m}$ 以下の炭化物にはボイドが発生しないことがわかる。この傾

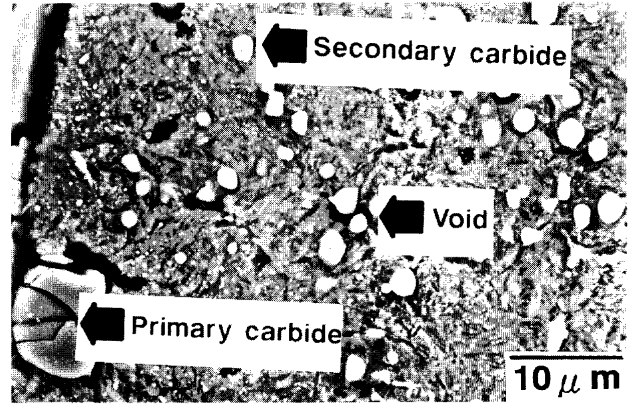


Fig. 8. Microstructure under fatigue fracture surface in Steel C3 (stress amplitude=1.1 GPa).

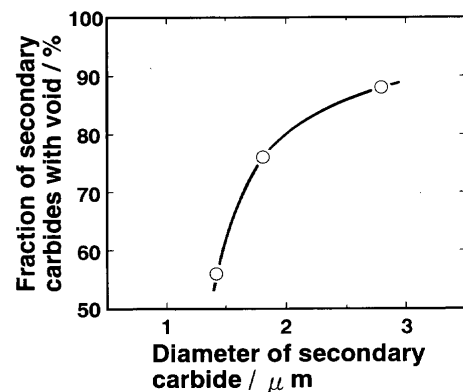


Fig. 9. Relationship between fraction of carbides with void and average diameter of secondary carbide.

向は、疲労破面上で観察された二次炭化物の平均粒径が切断面上で観察されたそれより大きいとの結果と一致する。また、ボイドの発生した二次炭化物の割合はC1材56%、C2材76%、C3材88%であり、Fig. 9に示すように、二次炭化物が細くなると、繰り返し応力を受けてもボイドが発生しにくくなる。この結果は、大きい炭化物や介在物ほど優先的に割れが発生するとの結果^{10,11)}と一致する。

3・4 二次炭化物に発生するボイドの発生応力

Fig.10にC1, C2, C3材の引張試験の応力-歪曲線を示す。二次炭化物の平均粒径が最も小さいC1材は、引張強さが最も高く、破壊歪も最も大きい。二次炭化物の平均粒径が大きくなるに従い引張強さは低下し、破壊歪も小さくなる。Table 2に破壊時の引張強さ(σ_f)及び塑性歪(ϵ_f)を示す。

二次炭化物に発生するボイドの発生およびその成長過程を、種々の応力まで負荷した引張試験により調査した。Fig.11にC3材のボイド発生・成長状況をSEM観察した結果の一例を示す。二次炭化物にボイドが発生を開始する応力（塑性歪）は、 $1.70\ \text{GPa}$ (0.20%)で(Fig.11(b))、 $1.94\ \text{GPa}$ (0.46%)の応力（塑性歪）では二次炭化物に多数のボイドが発生し、マトリックス内にクラックとして進展を開始している(Fig.11(c))。 $1.98\ \text{GPa}$ (0.63%)の応力（塑性歪）ではボイドが連結し、大きなクラックとなり(Fig.11(d))、

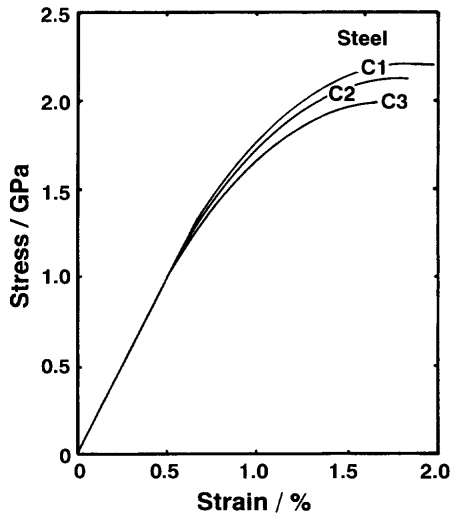


Fig. 10. Stress-strain curves in tensile test with tensile rate of 6 mm/min in Steels C1, C2 and C3.

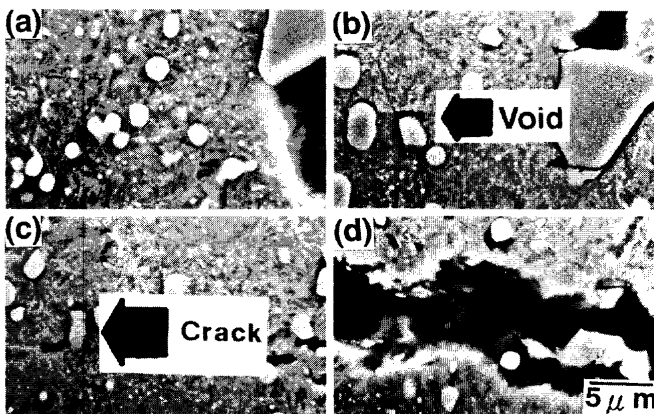


Fig. 11. Scanning electron micrographs after stress from 1.50 GPa to 1.98 GPa was applied in Steel C3. (a) 1.50 GPa ($\epsilon=0.12\%$), (b) 1.70 GPa (0.20%), (c) 1.94 GPa (0.46%), (d) 1.98 GPa (0.63%).

2.00GPa (0.65%)の応力(塑性歪)で破壊した。なお、両供試材ともに一次炭化物の大きさ、分布などはほとんど変わらないため、0.5GPa (0.002%)の応力(塑性歪)で一次炭化物にボイドが発生を開始した⁵⁾。すなわち、一次炭化物には弾性限内に近い極微量な塑性変形でボイドが発生し、さらに、応力が加わり、応力-歪曲線において明瞭な塑性変形が開始した後、二次炭化物にボイドが発生する。

Table 2には引張試験とSEM観察より求めたC1, C2, C3材の二次炭化物にボイドが発生を開始する時の応力(σ_i)及び塑性歪(ϵ_i)を示す。二次炭化物の平均粒径の大きい供試材ほど σ_i , ϵ_i は小さくなる。また、Table 2中には破壊時の塑性歪(ϵ_p)と ϵ_i から計算したボイド発生から破壊までの歪(ϵ_b)も示す。破壊時の塑性歪は二次炭化物粒径が大きい供試材ほど低下するので、ボイド発生から破壊までの塑性歪は二次炭化物粒径の大きさによらず、あまり変化していない。

GurlandとPlateau¹²⁾によると、第2相粒子におけるボイ

Table 2. Stress and strain for fracture and void initiation.

Steel	σ_i	ϵ_i	ϵ_b	σ_f	ϵ_f
C1	2.15	0.43	0.44	2.20	0.87
C2	1.90	0.24	0.52	2.12	0.76
C3	1.70	0.20	0.45	2.00	0.65

σ_i : Stresses(GPa) for void initiation at secondary carbide,
 ϵ_i : Plastic strain(%) for void initiation at secondary carbide,
 σ_f : Fracture stress(GPa), ϵ_f : Fracture plastic strain (%),
 $\epsilon_b = \epsilon_f - \epsilon_i$

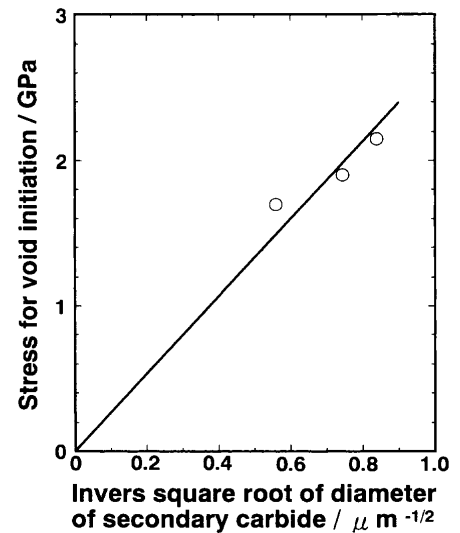


Fig. 12. Relationship between stress for void initiation and inverse square root of diameter of secondary carbide.

ドの発生応力(σ)は、(2)式で記述される。

$$\sigma = (1/q)(E\gamma/a)^{1/2} \dots \dots \dots (2)$$

ここで、 q は第2相粒子による平均応力集中係数、 E はマトリックスと第2相粒子の重みつき平均弾性係数、 γ は表面エネルギー、 a は第2相粒子の大きさである。(2)式から σ は $a^{-1/2}$ に比例して大きくなる(σ は a が大きくなると小さくなる)ことがわかる。(2)式をTable 2に示したC1, C2, C3材の二次炭化物にボイドが発生する応力(σ_i)に適用した結果をFig.12に示す。 σ_i は二次炭化物粒径の $-1/2$ 乗にほぼ比例する。 $q=2^{12}$, $E=2 \times 10^{11} \text{N/m}^2$ (200 GPa)として、Fig.12に示した原点を通る直線の勾配($2.62 \times 10^6 \text{N/m}^{3/2}$)から γ を求めると 1.37J/m^2 ($1.37 \times 10^3 \text{erg/cm}^2$)となり、ボイドは脆性的に発生していると考えられる。なお、 E はマトリックスと二次炭化物の重みつき平均弾性係数であるが、二次炭化物(主に M_7C_3)の弾性係数が知られておらず、 Fe_3C の弾性係数が160 GPa¹³⁾, TiC , VC , ZrC , NbC , SiC などの弾性係数が370~510GPa^{14,15)}であること、及び、炭化物の体積率が約15%であることから、 E として鋼の弾性係数を用いても γ の計算値のオーダーは変わらないと考えた。

4. 結言

1) 金型鋼の引張-圧縮疲労寿命は二次炭化物粒径が小さいほど長くなる。この傾向は応力振幅が小さくなると顕著になる。

2) 二次炭化物におけるボイドは、塑性変形域で発生し、粒径の大きい二次炭化物ほど低応力（低塑性歪）でボイドが発生する。

文 献

- 1) 村松 勁, 夏目喜孝: 塑性と加工, **20** (1979), 957.
- 2) 新持喜一郎, 浦野元一: 日本金属学会会報, **8** (1968), 117.
- 3) 新持喜一郎, 浦野元一: 塑性と加工, **12** (1971), 229.
- 4) 清永欣吾: 鋼の強靱性, Climax Molybdenum Development Company (Japan) Ltd, 東京, (1971), 207.
- 5) 吉田潤二, 勝亦正昭, 山崎善夫: 鉄と鋼, **88** (1997), 79.
- 6) 木村 伸: 日立評論, **45** (1963), 355.
- 7) G.V.Raynor and V.G.Rivlin: Phase Equilibria in Iron Ternary Alloys, The Inst. of Metals, London, (1988), 143.
- 8) B.Sundman, B.Jansson and J.-O.Andersson: Calphad, **9** (1985), 153.
- 9) 古田 修, 小出洋二: 第145回塑性加工シンポジウム, (1992), 67.
- 10) C.T.Liu and J.Gurland: Trans. ASM, **61** (1968), 156.
- 11) T.B.Cox and J.R.Low: Metall. Trans., **5** (1974), 1457.
- 12) J.Gurland and J.Plateau: Trans. ASM, **56** (1963), 442.
- 13) 李 松姫, 石原正統, 湯本久美, 相澤龍彦, 下斗米道夫: 日本金属学会秋期大会講演概要, (1997), 293.
- 14) 技術資料金属材料の弾性係数, (社) 日本機械学会編, 東京, (1980), 185.
- 15) 改訂3版 化学便覧 基礎編1, 日本化学会編, 丸善, 東京, (1984), 536.