

高温焼入れ・サブゼロ処理した冷間工具鋼の疲労特性

横井 大円*1,春名 靖志*2

Fatigue Properties of High-temperature Quenched and Sub-zero Treated Cold Work Tool Steel Daien Yokoi, Yasushi Haruna

Synopsis: Cold-work tool steel, QCM8, is the modified JIS-SKD11 that contains 0.8%C-8%Cr-2%Mo-0.5%V. In this study, fatigue properties of high temperature quenched and sub-zero treated QCM8 have been investigated. Specimens were heated at 1080°C and quenched to room temperature (RT) followed by sub-zero treatment (SZ) ranging from -270°C to 0°C. Volume fraction of retained austenite (γ _R) decreased from 27% to 10% by the sub-zero treatment below -80°C. Microstructures of specimens followed by tempering between 200°C and 600°C were investigated. Tension-compression fatigue tests were carried out under fully reversed stress amplitude of 1000MPa using two different specimens in volume fraction of γ _R, which were quenched to RT by air-cooled (AC) and to -80°C by SZ followed by tempering at 200°C. The results were summarized by Weibull distribution method. Fatigue lives of AC were longer than those of SZ. According to fracture surface observation, fracture occurred at the interior of the specimens and fisheyes were observed. The most of crack initiation sites were broken carbides. The difference of the fatigue lives between the two types of specimens was attributed to crack initiation life, which was longer when the carbide size was smaller. It became clear that the fatigue crack initiation life is improved when the carbide size is smaller and the volume fraction of γ _R is higher.

key words: cold work tool steel; JIS SKD11; tension-compression fatigue test; tensile test; retained austenite; Weibull distribution

1. 緒言

近年、自動車および家電部品などのニアネットシェイプ 化および高強度化にともない冷間金型の使用環境は過酷に なっており、冷間工具鋼の機械的性質の改善が必要になっ ている¹⁾。代表的な冷間工具鋼であるJIS-SKD11は、多く の硬質炭化物を含むことにより耐摩耗性に優れているが、 割れ、欠けで金型寿命に至るケースが増加しており、じん 性、疲労特性の改善が望まれてきた。

SKD11の機械的性質の改善には、合金成分の最適化、 炭化物微細化、残留オーステナイト(y_R)の利用などが 考えられる。SKD11をベースに成分を改良したQCM8は、 低C-低Cr化によって一次炭化物の微細化を図った開発鋼 であり、SKD11よりも強じん性・疲労特性は大幅に向上 する。さらに、Mo、Vなどの添加量を最適化することで、 耐摩耗性もSKD11レベルを維持している。一方、y_Rの積 極的活用は高硬度鋼の組織制御法として従来から注目され ているが²、工具鋼では硬さや耐力の低下または寸法安定 性に不利ということで、一般にその量をなるべく少なくす る努力がなされてきた³³。筆者らは、SKD11のじん性を改 善させたQCM8を用い、疲労特性に及ぼす γ_Rの影響を検 討した結果、疲労寿命の向上には γ_Rの安定度が重要であ ること、 γ_Rの安定化には焼戻温度が影響することを明ら かにしてきた⁴⁾。しかし、疲労過程中での γ_Rの挙動につい ては十分に解明されておらず、疲労特性に及ぼす γ_R量の 影響に関する報告もほとんど見あたらない。本研究では、 できるだけ他の組織に影響を与えることなく γ_R量を変化 させる方法としてサブゼロ処理に着目し、QCM8の疲労特 性に及ぼす γ_Rの影響を明らかにすることを目的とした。

2. 供試材および実験方法

供試材にはSKD11改良鋼であるQCM8を用いた。その 化学成分をTable 1に示す。組織検査用試験片は、γ_R量 を増加させるため通常よりも高温の1080℃で1.8ks保持 後空冷し、一部の試験片はγ_R量を変化させるため、さら に0℃から-270℃で7.2ks保持するサブゼロ処理を施し た。その後、焼戻処理は200℃~600℃の各温度で3.6ks 保持後、空冷を2回繰り返し行った。なお、0~-196℃ サブゼロ処理は液体窒素を用い、冷却槽中にて行った。ま

^{*1} 研究・開発センター 高合金鋼グループ、工博

^{*2} 研究・開発センター 高合金鋼グループ長、工博

た、-270℃の冷却については、液体へリウムを用いた。 Fig.1に引張試験片(a)および引張圧縮疲労試験片(b)の形 状および寸法を示す。試験片形状に粗加工後、熱処理を施 し、仕上げ加工を行った。熱処理は、組織検査の結果から、 1080℃から空冷後、一部の引張試験片は-10℃およ び-80℃、疲労試験片は-80℃のサブゼロ処理を施し、 焼戻しは全て200℃で行った。なお、空冷材(AC 材)、-10℃および-80℃サブゼロ処理材(SZ材)のγ_R 量は、それぞれ約27、20、10vol%であった。

Table 1. Chemical compositions of specimen (mass%).

Grade	С	Si	Mn	Cr	Mo	۷	Ρ	S
QCM8	0.80	0.88	0.38	8.01	1.90	0.54	0.024	0. 002

硬さ試験はロックウェル硬度計(Cスケール)を用いて 行った。組織観察は、光学顕微鏡を用い、塩酸ピクリン酸 アルコール溶液にてエッチング後行った。また、γ_Rの観 察には透過型電子顕微鏡(TEM)を用いた。γ_R量はオー 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⁵⁾。また、γ_Rの格子定数は、cos²θ外挿 法により求めた。さらに、超音波発振装置(200W)を用 いて炭化物を脱落させた後、X線マイクロアナライザー (EPMA)によって炭化物周辺の組成分析を行った。

引張試験は室温大気中において、引張速度0.5mm/min にて行った。疲労試験は油圧サーボ試験機を用い、室温大 気中において、一般的な金型寿命に相当する10³~10⁵サ イクルの寿命が得られる応力振幅1000MPaとし、周波数 10Hz、応力比R=-1の条件で、荷重制御の完全両振り引 張圧縮疲労試験を実施した。両材ともに、10本づつ試験 を行い、その結果をワイブル確率紙に整理した。また、疲 労試験後の破面は走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて観 察し、破壊起点部の分析はエネルギー分散型X線分析装置 (EDX)を用いて行った。



a) Tensile test piece



b) Tension-compression fatigue test piece



3. 実験結果および考察

3・1 サブゼロ処理および焼戻処理の影響

Fig.2にγ_R量とサブゼロ処理温度の関係を示す。 1080℃から空冷後の室温におけるγ_R量は27vol%であっ た。γ_R量は-80℃までサブゼロ処理温度に比例して減少 し、約10vol%となったが、それ以下の温度ではほとんど 変化しないことが分かった。-80℃以下でも存在するγ_R は、化学的に極めて安定化していると考えられる。

Fig. 3にAC材、-10Cおよび-80CSZ材に残存する γ_R 量と焼戻温度の関係を示す。各試験片ともに、450 こて γ_R 量はほとんど変化せず、450 で付近を越えると著 しく減少し始め、さらに約600 Cまで γ_R 量は徐々に減少 し、最終的に各試験片の γ_R 量は3vol%以下まで減少する ことが分かった。

Fig.4に γ_R の格子定数と焼戻温度の関係を示す。 γ_R の 格子定数は300℃~400℃の間で大きく増大し、400℃ 以上の温度域で徐々に減少する傾向を示した。300℃~ 400℃焼戻温度域では、焼戻しにともなう α '母相から γ_R へのCの排出、および炭化物からの拡散による γ_R 中のCの 濃化によって、 γ_R の格子定数が大きくなったと考えられ る。また、400℃以上では、焼戻し二次硬化における合金 炭化物の形成にともない、 γ_R からもCを供給することにな り、 γ_R が不安定になるとともに格子定数が減少したと考 えられる⁶。

Fig.5にAC材、-10Cおよび-80CSZ材の硬さに及 ぼす焼戻温度の影響を示す。焼入れ材の硬さは、サブゼロ 処理温度が低いほど、つまり γ_R 量が少ないほど高くなっ ていた。また、焼戻温度200℃~400℃では、 γ_R 量が多 いほど、硬さ低下は大きくなった。これは、 γ_R が多いほ ど、焼戻しにともなう α '母相から γ_R へのCの排出が加速 されたこと、つまり γ_R による清浄効果(Scavenging Effect)による α '相の軟化に起因すると考えられる⁷⁷。さ らに、500℃以上の焼戻温度では、各試験片ともに二次硬 化を示し、最大硬さはほぼ同程度となった。



Fig.2 Relation between volume fraction of retained austenite and sub-zero temperature.



Tempering temperature(°C)

Fig.3 Relation between volume fraction of retained austenite and sub-zero and tempering temperature.



Fig.4 Variations in lattice constant of retained austenite.



Fig.5 Effect of sub-zero and tempering temperature on hardness.

Fig.6にAC材の200℃焼戻し後の光学顕微鏡組織の一 例を示す。組織は数μmの微細な炭化物が多数分散してお り、十数μmの比較的粗大な炭化物も観察された。光学顕 微鏡レベルではAC材および-80℃SZ材の違いは認められ ず、また γ_R を確認することはできなかった。そこで、透 過型電子顕微鏡を用いて γ_R の観察を行った。Fig. 7 にAC 材の200℃焼戻し後の透過電子顕微鏡写真を示す。電子線 解析の結果、図中の矢印で示した箇所が γ_R であり、その 大きさは約1 μ m程度でブロック状の形態をしていること が分かった。また、 γ_R は炭化物の周辺に多く観察されて いる。これは、焼入温度へ加熱時の炭化物からの拡散によ って、炭化物周辺は他の箇所よりもCをはじめとするCr, V 等の炭化物形成元素の濃度が高く、 γ 相が化学的および機 械的に安定となり、残存し易くなっているためと考えられ る⁸⁾。

そこで、炭化物周辺の合金元素の分布について調査を行った。炭化物の影響を避けるため、超音波発振装置を用い、 炭化物を脱落させた箇所の周囲についてEPMAを用いて面 分析を行った。Fig.8に炭化物が抜けた跡周辺のEPMA面 分析結果を示す。炭化物跡の周囲には、Cの濃化部が認め られるが、Cr, Moなど他の炭化物形成元素の濃化は認め られなかった。オーステナイトはMs点が低いほど残存し 易く、Msは合金元素、特にCによって大きく低下する⁹。 これらのことから、炭化物周囲のC濃化部では、γ_Rとして オーステナイトが残存したと考えられる。

Fig.9に引張強さおよび0.2%耐力とγ_R量の関係を示 す。引張強さおよび耐力はともにγ_R量の増加に伴い低下 した。一般的に引張強さは硬さに比例することが知られて おり¹⁰⁾、各試験片間の硬さの差も考慮する必要があるが、 α'よりも軟らかいγ_Rが影響していることは明らかであ る。また、耐力を低下させているのもγ_Rの影響であるが、 降伏比はγ_Rが多ければ大きくなっている。このことはγ_R が、引張変形中に加工誘起変態を起こしていることを反映 していると考えられる。

以上の結果から、疲労試験に供する試験片はγ_R量が顕 著に異なるAC材および-80℃SZ材の2種類を用い、焼戻 しは、γ_R以外の組織の影響を極力なくすため、200℃で 行うこととした。



Fig.6 Optical microstructure of the specimen tempered at 200℃ after air-cooling from 1080℃.



Fig.7 Transmission electron micrographs of the specimen after air-cooling from 1080°C.



Fig.8 EPMA analysis around the trace of carbide.



Volume fraction of retained austenite(vol%)

Fig.9 Relation between tensile strength or 0.2% proof stress and volume fraction of retained austenite.

3·2 引張圧縮疲労特性

3・2・1 疲労試験結果

Fig.10に一定応力振幅1000MPaでのAC材およ び-80℃SZ材の破断繰返し数と破断確率の関係を示す。 各々10本づつ疲労試験を行った結果、低寿命側を除くと、 AC材の平均疲労寿命は87000サイクル、SZ材は53000 サイクルであり、AC材はSZ材よりも約1.6倍長くなって いた。両材ともに、ワイブル分布図は2本の直線で示され、 その2直線は下に凸の折れ線となった。萩原ら110は、ワイ ブル分布図が2本の直線で示される場合、その2直線が上 に凸の折れ線であるのか、下に凸の直線であるかによって 疲労のメカニズムが特定できることを報告している。つま り、上に凸の折れ線になる場合は、重畳分布モデルといわ れており、同じ機構で疲労き裂発生過程および疲労き裂伝 播過程の二つの過程が継続して起こり、それぞれの寿命が 重畳するモデルである。一方、下に凸の折れ線になる場合 は、競合リスクモデルといわれ、表面破壊とフィッシュア イ破壊のどちらかが生じる得るような場合に相当する。こ れらのことから、本実験においては、疲労のメカニズムは 競合リスクモデルによると考えられ、2種類以上の破壊形 態により、疲労破壊が生じていることが推察される。そこ で、そのことを確認するためにSEMを用いて破面観察を 行った。

Fig.11にAC材およびSZ材の疲労破面(写真(a)~(d)) を示す。高寿命側のそれぞれ各7本の試験片において、疲 労破面の大半は、写真(a)に示したように、炭化物の割れ を起点としたフィッシュアイ模様を呈していた。その破壊 起点部は、1ヶの炭化物というよりも、数個の炭化物が密 集しており、これらの炭化物が集団で割れ、初期疲労亀裂 の発生源になっていた。また、写真(b)に示したように、 破壊起点が介在物の剥離による試験片もごく僅かではある が認められた。

一方、低寿命側のそれぞれ3本の試験片では、表面に存 在する炭化物の割れ(写真(c))および内部の粗大AI-Ca系 酸化物の剥離を起点として破壊が発生していることが認め られた。また、いくつかの試験片では、低寿命であっても フィッシュアイ模様を呈しているが、写真(d)に示したよ うにその中心部において明確な起点、つまり炭化物または 介在物は認められなかった。このような破壊形態は、SZ 材において多く観察された。冷間工具鋼の疲労破壊は、炭 化物の割れまたは介在物の剥離が起点になることが知られ ているが12,13)、今回のように明確な破壊起点が無いにも拘 わらず、試験片内部から疲労破壊が生じた理由としては以 下のことが考えられる。つまり、γ。を比較的多く含む試 験片をサブゼロ処理した場合、表面付近では変態による引 張応力の発生、あるいは局所的内部応力または歪による y_R のマルテンサイト変態により、数μm程度のマイクロクラ ックが発生することが報告されている14)ことから、これ

らが疲労初期にき裂発生源として働き、疲労寿命を著しく 短くしたものと考えられる。この破壊様式は鋼中の水素が 影響しているのかもしれないが¹⁵⁾、それについては今後の 検討課題である。以上のことから、低寿命側における破壊 は、偶発故障型を呈していたのに対し、高寿命側は炭化物 または微細な介在物を起点として内部から疲労き裂が発生 しており、ある程度破壊が予測できる摩耗故障型になって いる。この結果から冷間工具鋼の疲労寿命には競合リスク モデルの適用が可能であることがわかった。さらに高寿命 側の破壊については、両材とも同じ破壊メカニズムで生じ ていると考えられることから、AC材とSZ材の疲労寿命に はγ_Rが疲労き裂の発生に対して著しい影響を及ぼしてい ると推察される。



Number of cycles to fracture (cycles)

Fig.10 Relation between number of cycles to fracture and probability of fracture. (σ_a =1000MPa)



1 Fatigue fracture surfaces.
1000MPa, $N_f = 1.0 \times 10^5$ cycles
1000MPa, N _f = 3.6×10^4 cycles
1000MPa, $N_f = 1.2 \times 10^4$ cycles
1000MPa, $N_f=2.1 \times 10^4$ cycles

3・2・2 疲労寿命に及ぼす y_Rの影響

破壊起点部の炭化物あるいは介在物径およびフィッシュ アイの直径を測定することで、疲労き裂発生、伝播過程お よび最終破壊についての検討を行った。測定した破壊起点 サイズからは、村上ら¹⁶⁾によって提案されている次式に よって下限界応力拡大係数範囲ΔK_{tb}を求めた¹⁷⁾。



Fig.12にΔK_{th}と疲労寿命の関係を示す。AC材およびSZ 材のΔK_{th}は、それぞれ3.6±0.7、3.3±0.7MPa·m^{1/2}の 範囲であり、疲労寿命に拘わらずほぼ一定の値を示した。 高強度鋼のき裂進展の下限界応力拡大係数範囲ΔK_{th}が3~ 6MPa·m^{1/2}に分布する¹⁸⁾することを考慮すると、(1)式 および(2)式の適用は妥当性があると考えられる。

次に、フィッシュアイ径を疲労第2段階最終き裂長さと 仮定し、不安定破壊を生じる疲労破壊じん性値K_{tc}を算出し た。なお、K_{tc}は無限体中の円板状クラックが遠方で一様な 垂直応力を受ける場合として、式(3)を用いて算出した¹⁹⁾。

 ΔK_{tc}=(2/π) σ √πa ·····(3)
ΔK_{tc}: 疲労破壊じん性値 σ:最大引張応力 a:き裂寸法(フィッシュアイ半径)

その結果をFig.12中に示す。AC材およびSZ材のKtcの平 均値はそれぞれ20.8±2.7、17.3±3.0MPa・m^{1/2}であり、 疲労寿命に拘わらずほぼ一定の値を示した。一般的に、延 性材料の疲労試験の場合、疲労き裂の先端には広範囲の塑 性域が形成されるので、Ktcは破壊じん性値Klcよりも大き くなることが知られている²⁰⁾。他方、夏目ら¹⁹⁾は、56~ 60HRCの高硬さを有する高速度工具鋼(SKH51)におい て、フィッシュアイ寸法から計算したKtcは、Ktcにほぼ匹敵 することを報告している。これは、き裂先端に形成される 塑性域が小範囲に限定されるためと考えられる。また、高 硬度の工具鋼では、Ktcに及ぼす炭化物の影響は小さく、主 に硬さに依存することが報告されている²¹⁾。本実験でも、 AC材およびSZ材のKtc/硬さの比は、それぞれ0.31, 0.30と硬さを考慮するとほぼ同レベルであった。

次にき裂伝播挙動について検討した。き裂伝播速度と応 力拡大係数範囲との関係については、Paris則として da/dN=C(ΔK)^mが成り立つことが知られている。Paris則 の指数と係数は、これまでに報告している値として、 C=2.00×10⁻¹¹, m=2.95を用いた²²⁾。この式から炭化 物が割れた後、疲労き裂が同心円状にフィッシュアイ径ま で伝播するのに要した繰返し数を算出した。



Number of cycles to fracture (cycles)

Fig.12 Relation between number of cycles to fracture and ΔK_{th} and ΔK_{tc} . (σ_a =1000MPa)

Fig.13に破壊起点サイズと疲労き裂進展寿命 N_p あよび 破断までの繰返し数 N_f の関係を示す。AC材およびSZ材の 疲労き裂進展寿命 N_p を比較すると、その差はほとんどない ことが分かった。一方、破断繰返し数 N_f に対する疲労き裂 進展寿命 N_p は、約15~35%の範囲になることが分かった。 そこで、さらに疲労き裂発生までの寿命 N_i (= N_f - N_p)につい て検討を行った。



Fig.13 Relation between diameter of crack initiation site and crack propagation lives. (σ_a =1000MPa)

Fig.14に疲労き裂発生寿命N_iと破壊起点サイズの関係を 示す。両材ともに、破壊起点サイズが大きくなるほど、N_i は小さくなった。同じ破壊起点サイズであれば、AC材の 方がN_iは大きく、また、破壊起点サイズが小さいほど、両 材の差が大きくなることが明らかとなった。先述したよう に、下限界応力拡大係数範囲ΔK_{ini}は、いずれの試験片も ほぼ同程度であったことを考慮すると、N_iの差は炭化物が 割れるまでに要する繰返し数の差と考えられる。



Fig.14 Relation between diameter of crack initiation site and crack initiation lives. (σ_a=1000MPa)

以上の結果から、一定振幅応力1000MPaでの疲労寿命 は、破壊起点サイズが小さく、γ_R量が多い方が長くなっ ているといえる。本実験の結果は、破壊起点サイズが小さ いほどき裂発生抑制効果が高いこと、γ_Rはα'より軟らか くて塑性変形し易いため、クッションの役目を果たし、応 力集中を緩和する作用があること²³⁾、γ_Rが極めて安定に 炭化物の周辺に存在していることを考え併せると、冷間工 具鋼の疲労特性に及ぼすγ_Rの最大の効果は、疲労破壊の 起点となる炭化物の割れの発生自体を抑制することにある と結論づけられる。

4.結言

サブゼロ処理した冷間工具鋼QCM8の疲労特性を検討 し、以下の知見を得た。

(1) 1080℃焼入れ後のγ_R量はサブゼロ処理温度の低下に ともない減少するが、-80℃以下の温度ではほとんど変 化せず、γ_R量は約10vol%で一定となった。

(2) 引張試験において、γ_R量が多い方が、耐力および引 張強さが低下した。

(3) 一定応力振幅1000MPaにおいて、破断繰返し数のワ イブル分布図はAC材がSZ材より1.6倍長寿命で下に凸の 折れ線の競合リスクモデルとなった。

(4) 高寿命側におけるAC材およびSZ材の破断繰返し数の 差は、疲労き裂発生寿命N,の差に起因し、疲労き裂発生寿 命は、破壊起点寸法が小さいほど、またγ_R量が多い方が 向上することが明らかとなった。これは、破壊起点となる 炭化物の割れがγ_Rによって抑制されるためと考えられる。 文 献

- 1) M.Knoerr, K.Lange and Taylan Altan : J.Mat. Proc. Techn, **46**(1994), 57.
- 2) 牧正志: 山陽特殊製鋼技報, 2(1995), 2.
- 3) 西村富隆,新山善之:熱処理, 18(1978), 236.
- 4) 横井大円, 辻井信博, 横山嘉彦, 深浦健三:鉄と鋼, 89(2003), 718.
- 5) X線回折の手引 改訂4版,理学電機(株)編,東京,(1991),58.
- 6) 渡辺義雄, 杉本公一, 三輪一平, 西沢誠夫: 鉄と鋼, 86(2000), 761.
- 7) 柴田浩司:鉄鋼の高強度化の最前線、日本鉄鋼協会編、東京、 (1995), 127.
- 8)田村今男:鉄鋼材料強度学,日刊工業新聞社,東京,(1969),51.
- 9) M.Cohen : Trans. ASM, 41(1949), 35.
- 10) 日本鉄鋼協会編:鋼の熱処理,丸善,東京, (1969), 189.
- 11) 萩原芳彦, 鈴木秀人:よくわかる破壊力学, オーム社, (2000), 78.
- 12) 阿倍孝行, 金澤健二: 材料, 45(1996), 9.
- 13) NRIM Fatigue Data Sheet, No.73, NRIM, (1993).
- 14) 稲田淳,家口浩:疲労破壊機構のための組織学的アプローチ(シンポ ジウム予稿), 日本金属学会, 東京, (1996) 13.
- 15) 江原隆一郎: CAMP-ISIJ, 15(2002), 1025.
- 16) 村上敬宜, 児玉昭太郎, 小沼静代:日本機械学会論文集(A編), **54**(1988), 688.
- 17) 塩澤和章, 魯連涛, 石原外美: 材料, 48(1999), 1095.
- 18) 田中絋一:鉄と鋼, 67(1981), 245.
- 19) 夏目喜孝, 宮川進, 松村勁: 材料, 37(1988), 606.
- 20) 日本材料学会編:材料強度学,東京,(1986), 124.
- 21) 清永欣吾:工具鋼,日本鉄鋼協会,東京,(2000),173.
- 22) D.Yokoi, N.Tsujii and K.Fukaura : Mater.Sci.Res.Int., 9(2003), 216.
- 23) 熊谷真一郎:金属材料, 15(1975), 15.

■著者



横井 大円

