

SKD11工具鋼の高温変形挙動に及ぼす 加工熱処理の影響

莫 建平*・柴田 昭*・宮原 一哉*²・細井 祐三*³

Effects of Thermomechanical Treatments on
High Temperature Deformation Behaviors of an SKD11 Tool Steel

Jianping Mo, Akira SHIBATA, Kazuya MIYAHARA and Yuzo HOSOI

Synopsis : The effects of thermomechanical treatments (TMT; warm working and ausforming) on the high temperature deformation behaviors of high carbon and high chromium steels (SKD11 die steels with 1.5%C-12%Cr) are investigated. Thermomechanically treated steels yield very fine ferrite grains of 0.3 to 0.6 μ m. When tensile tested just below the A_{c1} temperature, the elongation of non-thermomechanically treated material is 130%, whereas, the ausformed material shows 320% elongation. The raise in ductility indicates the beneficial effect of TMT due to the refinement of microstructure. Image analysis on the grain-elongation during deformation of the materials shows that the degree of grain-elongation along the tensile axis in the finer grained material is smaller. This means that in the relatively finer grained materials, the contribution of the grain-elongation to the deformation of the materials is smaller but the contribution of grain boundary sliding is larger, compared to that of deformation of coarse grain materials.

Key words : SKD11 die steel; superplasticity; fine grain; high temperature deformation; elongation; grain boundary sliding; thermo-mechanical treatment; ausforming.

1. 緒言

SKD11工具鋼は12%Cr, 1.5%Cを主成分元素として含み、フェライト地に多量の炭化物(M_7C_3)が存在する難加工性材料である。著者らはSKD11鋼の高温加工性の改善を目的として、粉末焼結法(P/M材)にて素材を作成し、その高温変形挙動を調べ、SKD11鋼の溶製材(I/M材)と比較した。その結果P/M材では高温変形能がI/M材に比して優れていること、また、 A_{c1} 点直下での引張変形においては、200%近い伸びが得られることを報告した¹⁾²⁾。一方、Walserらは1.3~2.3%C超高炭素鋼を923Kにて温間加工した材料について³⁾、また岡出らは高炭素低クロム合金鋼(SUJ 2軸受鋼)について⁴⁾Walserらと同様な温度域における加工(岡出らはこの加工を温間加工と称している)により、高温変形能が増大することを報告している。そこで、著者らもこのような温間加工をSKD11鋼に適用し調べた結果、SKD11鋼の高温延性改善に対しても温間加工は有効であることを確認した⁵⁾。本研究においては温間加工が延性の改善に有効である理由を明らかにするとともに、さらに温間加工とは異なる加工熱処理としてのオースフォーミングに着目し、SKD11鋼の高温変形能の改善に対する有効性を調べた。また、加工熱

処理を行ったSKD11鋼の変形過程における組織変化を調べ、SKD11鋼の変形機構、また、加工熱処理による延性改善の原因を解明した。

2. 実験方法

本実験で用いた材料の化学成分をTable 1に示す。ここでP/Mはメッシュサイズ-100/+200(74~149 μ m)の粉末を1373KにてHIP処理したもので、前報¹⁾のP/M材の11Bと同一材である。I/M-2は本実験で用いた溶製材である。前報¹⁾の溶製材(I/M)とほぼ同一成分であるが、本報でも比較の為、前報の結果を引用するので、前報の溶製材(I/M)をI/M-1材と称することにする。P/M材およびI/M-2材の製造プロセスは前報のP/M材、I/M材と各々同様であるが、Fig. 1に示す(以後、簡便の為に、加工熱処理をする前まで

Table 1. Chemical composition of P/M and I/M materials of SKD11 tool steels(mass%).

	C	Cr	Mo	V	Mn	Si	S	P	Cu	Ni
P/M	1.56	11.82	0.95	0.34	0.39	0.27	0.007	0.01	0.04	0.06
I/M-2	1.44	12.75	0.87	0.24	0.34	0.31	0.001	0.027	0.05	0.07

平成4年12月28日受付 平成5年6月4日受理 (Received on Dec. 28, 1992; Accepted on June 4, 1993)

* 名古屋大学大学院生 (Graduate Student, Nagoya University)

* 2 名古屋大学工学部 (Faculty of Engineering, Nagoya University, Furo-cho Chikusa-ku Nagoya 464-01)

* 3 名古屋大学工学部(現:名古屋大学名誉教授, 大同特殊鋼(株))(Faculty of Engineering, Nagoya University, now Professor Emeritus, Daido Steel Co., Ltd.)

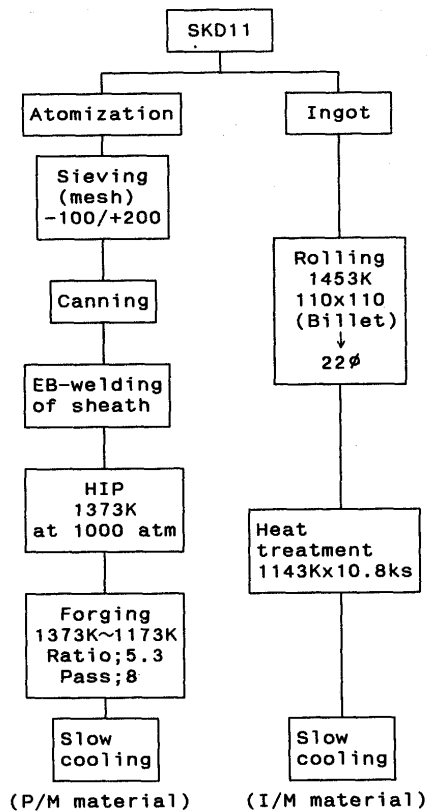
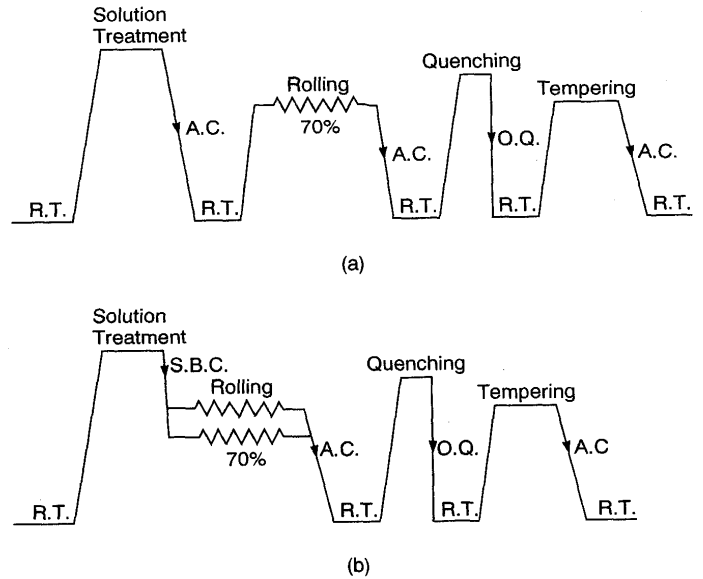


Fig. 1. Processing chart of P/M and I/M materials.

のP/M材の製造プロセスをプロセスI、I/M材の製造プロセスをプロセスIIと呼ぶことにする)。その後、温間加工あるいはオースフォーミング等の加工熱処理を行った。それらの過程を各々Fig. 2 (a) 及びFig. 2 (b) に示す。ここで、温間加工を含む過程をプロセスIII、オースフォーミングを含む過程をプロセスIVと称することにする。P/M材及びI/M-2材について、プロセスIII、IVにおいて、はじめに1423Kの加熱処理を行ったのは、Fig. 1 に示すように両材料の製造プロセス(I, II)が異なるので、両材料の初期の組織等の条件を同一にする為である。これらIII、IVの加工熱処理は更に細かい過程から成るので、図中にそれらの過程の処理条件を示す。温間加工は厚さ14.5mmの材料を Ac_1 点(Ac_1 点の測定方法は前報¹⁾に詳述する)以下の1023Kにてパス圧下率15%、全圧下率70%でおよそ4.0mmまで圧延した(各パス間で1023Kへの再加熱を実施した)。オースフォーミングは1423Kから塩浴により冷却し(S.B.C.)、873Kあるいは1023Kでの圧延により行い、変形量は温間加工と同じく70%とした。但し、1023Kでは、 $\gamma \rightarrow \alpha$ の変態開始時間は500sであるので、本実験では210sにて圧延を終えた。Fig. 2 (a), (b)の温間加工後あるいはオースフォーミング後の1143K、1.8ksの加熱は Ac_1 点直上の加熱による焼きならしのような熱処理を意図したもので、これらの加工熱処理後、高温変形挙動を高温引張試験により調べた。オースフォーミングについては、異なった3条件で行ったので、以下のような記号を用いて区別して表わすことにする。すなわち、IV(873)-aは



Condition of Each Process

	Solution Treatment	Rolling	Heating before Oil Quenching	Tempering
(a)	1423Kx1h	1023K	1143Kx0.5h	1023Kx1h
(b)	1423Kx1h	873 or 1023K	1143Kx0.5h	1023Kx1h

Fig. 2. Process of the warm working and ausforming of thermomechanical treatments.

(a): warm working (b): ausforming

873Kでのオースフォーミング後、1143K、1.8ks($\rightarrow$ OQ)の加熱処理を行ったもの、IV(1023)は1023Kでのオースフォーミング後、1143K、1.8ks($\rightarrow$ OQ)の加熱処理を行ったもの、また、IV(873)-bは873Kでのオースフォーミング後、1143K、1.8ks($\rightarrow$ OQ)の加熱処理を行わず、それ以降の焼き戻し処理を行ったものとする。高温引張試験は赤外線イメージ炉を装備したインストロンタイプの試験機を用い、 Ac_1 点の上下の973~1113Kの温度範囲において、 $8.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} \sim 8.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の歪速度範囲で行った。昇温速度は0.67K/sであり、所定の引張試験温度に昇温させた後、1.2ks保持し、その後に引張試験を行った。用いた試験片は板状で平行部長さ10mm、肩部曲率半径2.0mm、厚さ2.0mm、幅2.0mm、全長は41.2mmである。また、組織観察を走査型電顕(SEM)を用いて行った。なお、I/M-2材について前報と同様に焼き戻し硬さ変化挙動から Ac_1 点はI/M-1材よりおよそ10K高いことが推定されたので、ここではI/M-2材の Ac_1 点はP/M材と同じ1063Kとした。

3. 実験結果

3・1 P/M材及びI/M材の組織

P/M材及びI/M-2材の非加工熱処理材及び各種加工熱処理後のフェライト粒組織をFig. 3 に示す。ただし、これらの組織は各プロセスの後、引張試験直前に行った1023K、

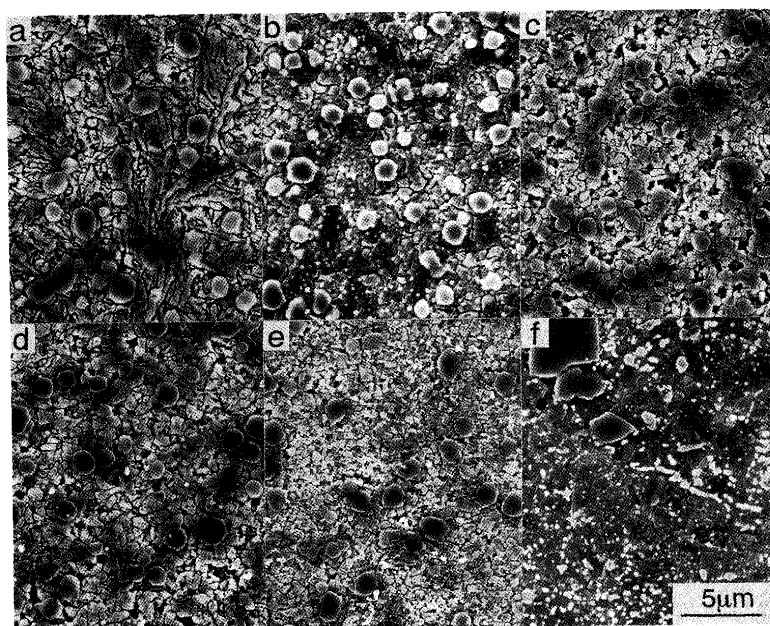


Fig. 3. Microstructure of the materials.

- a : P/M material(as received)
- b : P/M material(warm working)
- c : P/M material(ausforming IV(873)-a)
- d : P/M material(ausforming IV(1023))
- e : P/M material(ausforming IV(873)-b)
- f : I/M material(warm working)

3.6ksの焼き戻し処理後のSEM観察によるものである。Fig. 3 (a)はP/M材のプロセスI後の組織(すなわち、非加工熱処理材の組織)で、微細なマルテンサイトラスと平均径がおよそ1 μ mの炭化物の分散が見られる。この炭化物は電解抽出残渣のX線回折によると M_7C_3 型の炭化物であった¹⁾。Fig. 3 (b)はP/M材のプロセスIIIの温間加工熱処理後の組織で、非加工熱処理材に見られたマルテンサイトラスが消え、平均径がおよそ0.6 μ mのフェライト等方結晶粒が見られる。Fig. 3 (c), (d), (e)は各々P/M材のプロセスIV(873)-a, IV(1023), IV(873)-bのオースフォーミング後の組織を示す。Fig. 3 (b)と同様に、マルテンサイトラスの形状は見られず、平均径が各々およそ0.4, 0.5, 0.3 μ mの等方的なフェライト結晶粒が見られる。ここで平均フェライト粒径はいわゆる直線交差法(linear intercept method)により求めた。オースフォーミングにより結晶粒が小さくなるが、特にIV(873)-bによりフェライト結晶粒が非常に小さくなることが分かる。I/M-2材に対しては温間加工(プロセスIII)についてのみ調べた。Fig. 3 (f)はI/M-2材の温間加工熱処理後の組織写真を示す。P/M材のFig. 3 (b) ~ (e)と同様に微細な等軸フェライト結晶粒(平均結晶粒; 0.7 μ m)となっている。

3・2 引張試験結果

(1) 温間加工の効果

Fig. 4 及び 5 に各々温間加工(プロセスIII)したP/M材及びI/M-2材の真応力-真歪曲線を示す。いずれの材料においても、変形の初期に変形応力が最大となり、その後緩やかに応力が減少する傾向があるが、それは非加工熱処理材の応力-歪曲線と同様である。また、歪速度が小さいほど伸びは大きく、 A_{c1} 点直下の試験温度(1053K)において伸びが大きくなることも、非加工熱処理材と同様である。ただし、 A_{c1} 点直下の1053K、歪速度 $8.3 \times 10^{-5} s^{-1}$ において得られ

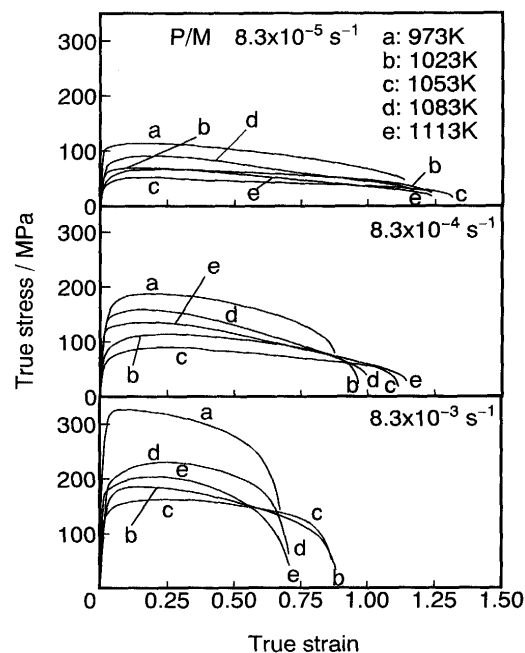


Fig. 4. True stress-true strain curves of warm worked P/M material.

る伸びは非加工熱処理材に比べて大きく、最大変形応力は小さくなっている。

(2) オースフォーミングの効果

A_{c1} 点直下の1053K、歪速度 $8.3 \times 10^{-5} s^{-1}$ において得られるP/M材の伸び、および最大変形応力に対するオースフォーミング(プロセスIV)の効果、を、温間加工の結果を含めてFig. 6に示す。伸びに対しては温間加工よりオースフォーミングの効果の方が大きく、特にIV(873)-bのオースフォーミングでは、315%の大きな伸びが得られた。その際の応力-歪曲線を、同一試験条件での非加工熱処理材および温間加工材のそれと比較した図をFig. 7に示す。オースフォーミン

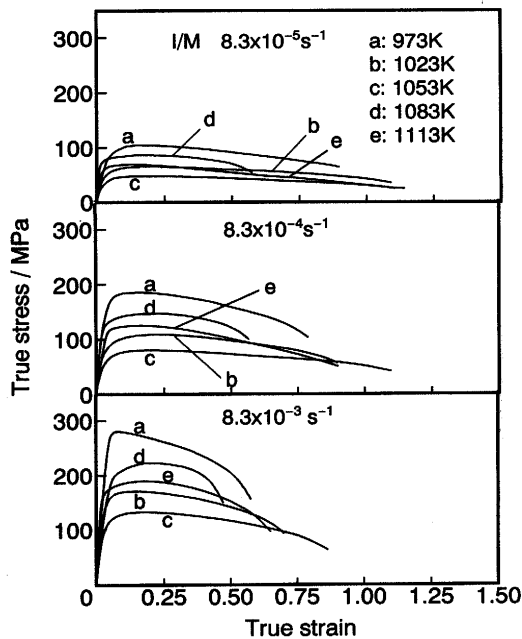


Fig. 5. True stress-true strain curves of warm worked I/M material.

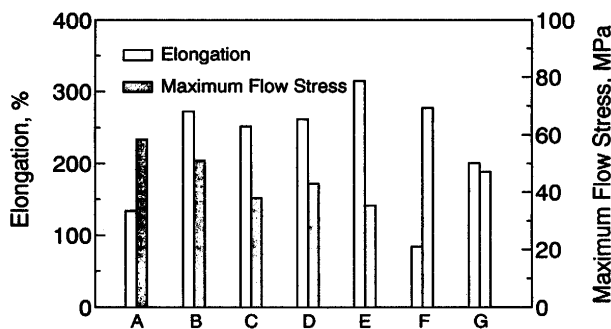


Fig. 6. Total elongation and maximum flow stress of P/M and I/M materials.

A: P/M material(as received) B: P/M material(warm working) C: P/M material(ausforming IV(873)-a) D: P/M material(ausforming IV(1023)) E: P/M material(ausforming IV(873)-b) F: I/M material(as received) G: I/M material(warm working)

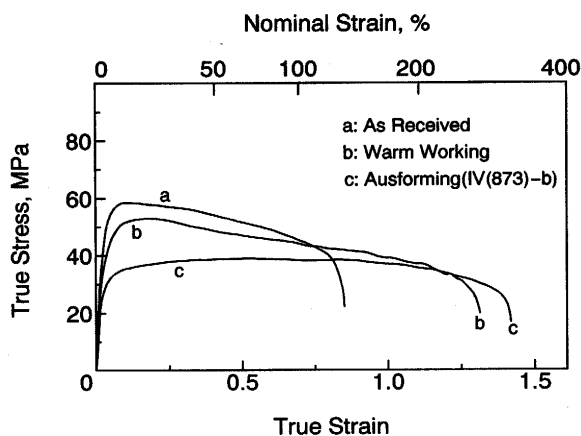


Fig. 7. True stress-true strain curves of P/M materials of tensile tests at 1053K and strain rate of $8.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.
a: as received, b: warm working, c: ausforming IV(873)-b

グ材では変形の初期から、ほぼ一定の低い応力で変形が進み、非加工熱処理材および温間加工材とは異なった特徴を持つ応力-歪曲線が得られた。この特徴については考察の節で議論することにする。

4. 考察

加工熱処理により伸びの改善が著しかったが、実験結果の項で述べたように、加工熱処理材の伸びの試験温度依存性や歪速度依存性は、非加工熱処理材のそれらと基本的には同じ傾向を示した。しかし、Fig. 3 に示したように、加工熱処理により結晶粒組織は、非加工熱処理材に比べ小さくなり、 A_{c1} 点直下(1053K)での伸び(歪速度: $8.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)とFig. 3 から得られる引張試験前の平均フェライト粒径との間の関係はFig. 8 のようになり、おおよそフェライト結晶粒径が小さいほど、伸びは大きくなっている。一方、最大変形応力は結晶粒径の減少とともに減少している。このように、温間加工あるいはオースフォーミング等の加工熱処理により材料の組織を微細な焼き戻しフェライト粒組織にすることが出来、それにより最大300%以上に達する伸びが得られることが明らかになった。そこで次に、結晶粒径が小さくなるとなぜ伸びが改善されるのか、その原因について変形途中の組織を観察し考察することにする。

Fig. 9, 10及び11に、各々P/Mの非加工熱処理材、温間加工材及びIV(873)-bのオースフォーミング材の1053Kの試験温度、 $8.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ の歪速度における50%, 100%, 200%変形及び破断時の結晶粒組織を示す。これらの写真では変形に伴ない結晶粒組織は変化するが、その変化の様子は材料により異なっている。すなわち、Fig. 9 の非加工熱処理材では、50%歪の変形において、すでに結晶粒が引張方向(写真の垂直方向)に伸びる傾向が見られる。Fig.10に示す温間加工材においても100%以上の変形においては結晶粒は明瞭に引張方向に伸びている。ただし、チャック部の結晶粒、

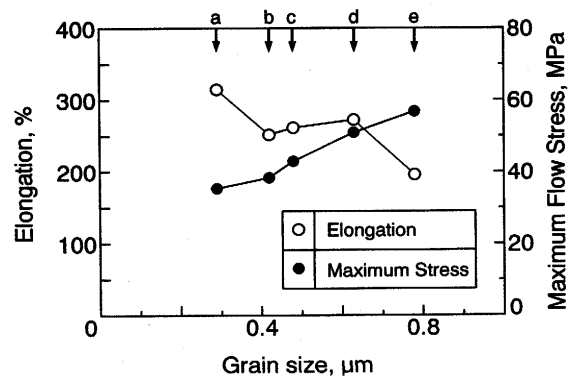


Fig. 8. Total elongation and maximum flow stress as a function of ferrite grain size of the P/M materials.

test temperature: 1053K, strain rate: $8.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ a: grain size of ausformed material(IV(873)-b) b: ausformed material(IV(873)-a) c: ausformed material(IV(1023)) d: warm worked material e: as received material

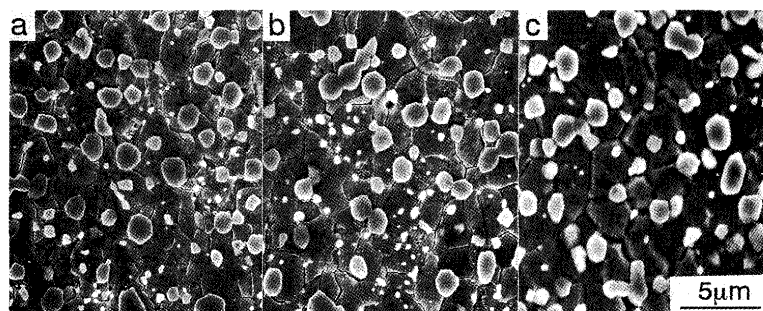


Fig. 9. Microstructural changes during tensile deformation (test temperature: 1053K, strain rate: $8.3 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$) of as received P/M material (a: 50% deformed, b: 100% deformed, c: fractured (134%)). Tensile axis is vertical direction of the photographs.

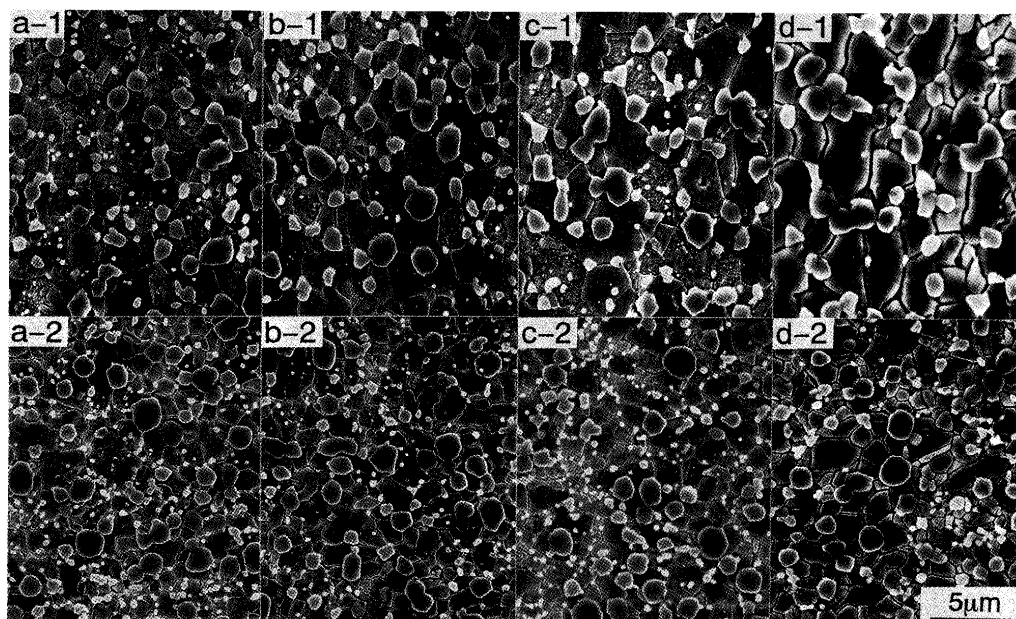


Fig. 10. Microstructural changes during tensile deformation (test temperature: 1053K, strain rate: $8.3 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$) of warm worked P/M material (a: 50% deformation, b: 100%, c: 200%, d: fracture (273%), 1 indicates the gage part of the specimen and 2 indicates the grip part.). Tensile axis is vertical direction of the photographs.

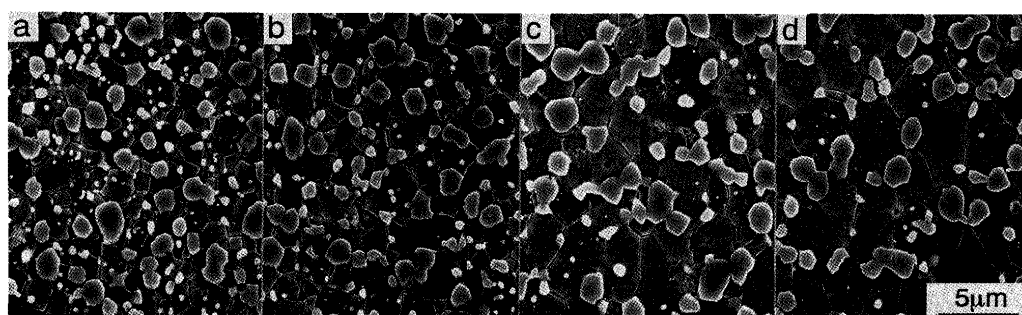


Fig. 11. Microstructural changes during tensile deformation (test temperature: 1053K, strain rate: $8.3 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$) of ausformed (IV (873)-b) P/M material (a: 50% deformation, b: 100%, c: 200%, d: fracture (315%)). Tensile axis is vertical direction of the photographs.

粒界及び炭化物にはいずれの歪においても引張方向への配向性は認められない。また、Fig.11に示すように、IV (873)-bのオースフォーミング材でも200%変形では結晶粒は引張方向に伸びている。しかし、温間加工材の50%変形時、ま

たオースフォーミング材の100%以下の変形においては結晶粒の引張方向への伸びは明瞭には観察できない。そこで各変形歪における結晶粒の伸びの度合を定量的に求めるため画像解析⁶⁾を行い、その結果をFig.12に示す。図中に示すよ

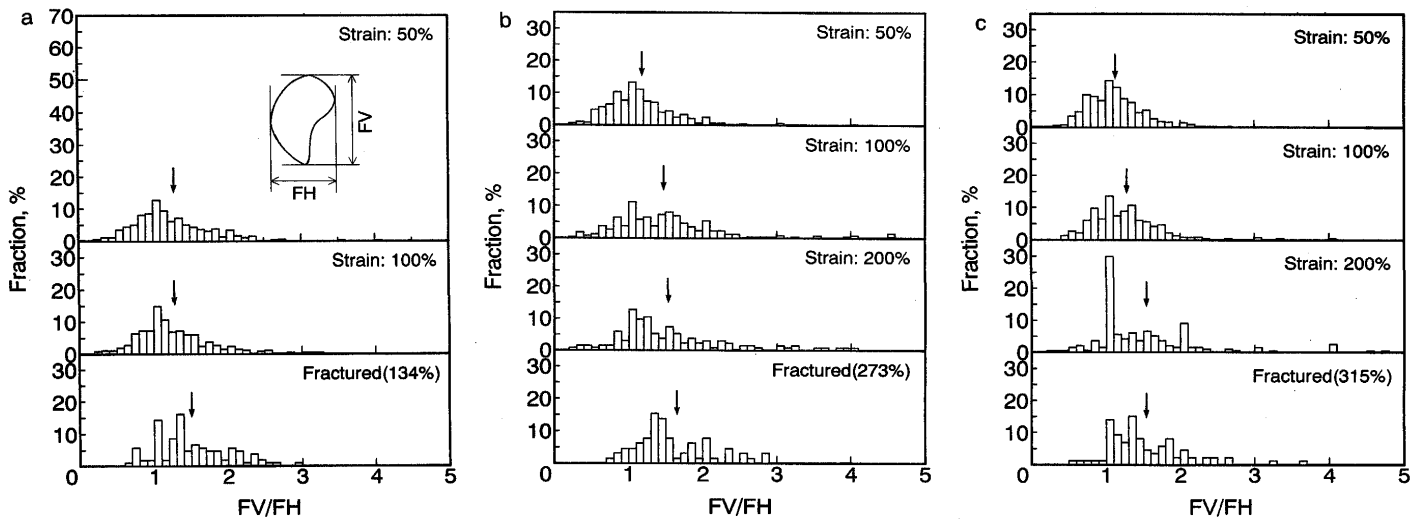


Fig. 12. Distribution of the grain shape ratio FV/FH. Arrows indicate average value of FV/FH.

a; Non-thermomechanically treated material
b; warm worked material
c; ausformed(IV(873)-b) material

うに、FVは個々の結晶粒の引張方向に平行な方向での最大長、またFHは引張方向に垂直な方向における結晶粒の最大長とする。FV/FHの値が大きいほど、結晶粒は引張方向に伸びていることを意味する。Fig.12-a, 12-b, 12-cはそれぞれ、非加工熱処理材、温間加工材、オースフォーミング(IV(873)-b)材の個々の結晶粒のFV/FH値の頻度分布を示す。これらの図の比較より変形に伴うFV/FHの平均値(矢印で示す)の増加の割合はオースフォーミング材において最も小さいことが分かる。また、Fig.13にこれらの結果のまとめを示す。Fig.13は上で述べた写真観察による結晶粒の伸びの変化の傾向を定量的によく示している。すなわち、非加工熱処理材、温間加工材、オースフォーミング材の順に、変形に伴う結晶粒の伸びの度合いが小さくなっている。このように変形に伴い、FV/FHの増加の割合が加工熱処理等により

異なっている。材料の変形への寄与は結晶粒の変形と粒界すべりの2つの機構が考えられるので、もし結晶粒の変形のみで材料が変形するのであれば、FV/FH値は加工熱処理の有無等、すなわち結晶粒の大小によらず、歪によってのみ変化するはずであり、粒界すべりの寄与もある場合にはFV/FHは材料の変形歪のみに依らないことになる。本実験の結果は後者と一致し、材料の変形には粒界すべりも寄与していると考えられる。特に結晶粒の小さい材料においてFV/FHの増加の割合が小さいこと、すなわち結晶粒の伸び変形の度合いが小さいことから、結晶粒径が小さいほど、粒界すべりの寄与分がより大きいと推定される。

また、Fig.13には試験温度が948K、歪速度が $8.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の場合の温間加工材の結果も示す。この場合、変形と共にFV/FHの値が急激に増加している。ここで、材料は立方体状の結晶粒(一稜線の長さを a_0 とする)の集合と仮定し、且つ、結晶粒の一稜線が引張方向にそろっているとすると、材料が $a\%$ の伸び変形をすると、その時の結晶粒の引張方向の稜線の長さは $a_0(1+a/100)$ 、また底面の一辺の長さはおおよそ $a_0(1-a/200)$ となり、FV/FHはおおよそ $1+3a/200$ となる。 $a\%=25\%$ の時、FV/FHはおおよそ1.4、 $a\%=50\%$ の時、おおよそ1.8となる。これは試験温度が948K、歪速度が $8.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の場合の温間加工材におけるFV/FHの値とよく一致している。材料が種々の大きさの球状の結晶粒の集合体であるとしても、球状結晶粒が $a\%$ の伸び変形をすると、長軸直径が $a_0(1+a/100)$ 、短軸直径が $a_0(1-a/200)$ となり(a_0 は球状結晶粒の直径である)、 a とFV/FHの関係は立方体状の結晶粒の場合と同様になり、948Kの場合のFV/FHと歪との関係は、粒界すべりを伴わない結晶粒の変形だけによる材料の変形における関係と考えられる。従って、FV/FHの増加の割合が $3a/200$ より小さい場合は粒界すべりが働いており、

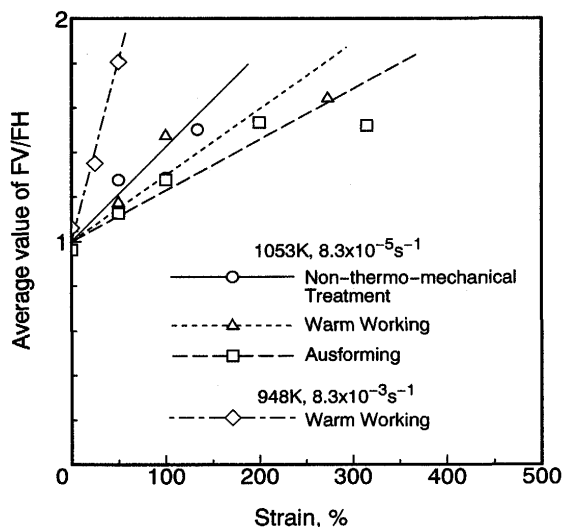


Fig. 13. Average value of the grain shape ratio FV/FH as a function of strain.

また、FV/FHの増加の割合が小さいほど、粒界すべりがより多く働いているとおおよそ考えられる。その為、結晶粒の変形量が同じ(FV/FH値が同一)でも、オースフォーミングにより結晶粒がより微細化した材料においては、粒界すべりがより活発に起こり、伸びは増大したと考えられる。

5. 結論

(1) P/M材及びI/M材の高温変形の基本的挙動、すなわち、伸びの試験温度依存性、伸びの歪速度依存性の基本的傾向は非加工熱処理、温間加工及びオースフォーミングの加工熱処理によっても異ならないが、これらの加工熱処理により結晶粒は微細化し伸びは増大した。

(2) 加工熱処理の中で最も延性の改善に有効であったのは、P/M材に対し873Kにてオースフォーミングの後、1023K、1.8Ksの焼き戻し処理を行ったプロセスIV(873)-bであった。この加工熱処理によりフェライト結晶粒が最も微細化し、 Ac_1 点直下の1053K、歪速度 $8.3 \times 10^{-5} s^{-1}$ の試験条件においては最大の伸び(315%)が得られ、また、変形応力も低下した。

(3) 加工熱処理、特にオースフォーミングにより結晶粒

が非常に微細化するが、その場合、変形途中の組織観察によると、変形初期では結晶粒組織は等方的であるが、変形が進むにつれて引張方向へのフェライト粒の伸びが観察された。画像解析により結晶粒の伸びの定量化を行い、結晶粒が微細であるほど個々の結晶粒の変形量は小さく、粒界すべりの寄与が大きくなることを明らかにした。オースフォーミングによる材料の延性の増大は、結晶粒の超微細化及びそれに伴う粒界すべりの寄与の増大によるものであると考えられた。

文 献

- 1) 宮原一哉, 莫 建平, 柴田 昭, 細井祐三: 鉄と鋼, **79**(1993), p.699
- 2) J. Mo, K. Miyahara and Y. Hosoi: Proc. of Intern. Conf. of Superplasticity in Advanced Materials, ed. by S. Hori, M. Tokizane and N. Furushiro, (1991), p.515 [The Japan Society for Research on Superplasticity]
- 3) B. Walser and O. D. Sherby: Met. Trans., **10A**(1979), p.1461
- 4) 岡出元宏, 時実正治, O. D. Sherby: 鉄と鋼, **67**(1981), p.2710
- 5) 莫 建平, 柴田 昭, 宮原一哉, 細井祐三: 熱処理, **33**(1993), p.236
- 6) LUZEXIII取扱説明書(標準システム, フィーチャ解析)(ニレコ(株)), (1987), p.18