論文

鉄と鋼 Vol. 79 (1993) No. 6

SKD11ダイス鋼の高温変形挙動

宮原 一哉*・莫 建平*2・柴田 昭*2・細井 祐三*3

High Temperature Deformation Behavior of SKD11 Die Steel

Kazuya MIYAHARA, *Jianping* MO, *Akira* SHIBATA and *Yuzo* HOSOI

Synopsis : SKD11 tool steel is one of the steels which contain high compositions of carbon and alloying elements forming a lots of carbides. Major part of these carbides are coarse eutectic carbides which are difficult to be refined through the conventional heat treatment. In order to obtain the refinement of the carbides and the improvement of deformability of SKD11 steel, powder metallurgy method (P/M) of HIP treatment of atomized powder followed by hot forging was utilized and the characteristics of high temperature deformation behaviors of the P/M SKD11 materials and also the effects of the powder particle size and HIP treatment condition were investigated. Maximum elongation of 196% was obtained at the lowest strain rate of $5.6\times10^{-5}s^{-1}$ in this work and at the test temperature of 1053K just below Ac_1 transformation point. HIP temperature and particle size had generally very small effects on such high temperature deformation behavior. Microstructural observation showed the grain growth and directionality along tensile direction during the deformation at lower strain rates and the test temperature just below Ac_1 point. This is cosidered to indicate that the so called "superplasticity due to grain boundary sliding" is not the principal deformation mechanism for the large elongation of the P/M SKD11 steel of the present result.

Key words : SKD11 die steel; P/M material; high temperature deformation behavior; elongation; HIP treatment; powder particle size.

1. 緒言

本研究は，炭化物を多量に含有した難加工性材料である高炭素高クロム合金ダイス鋼SKD11材に関し，ニアネットシェイプ加工性と高温変形能の改善の為の基礎研究として，高温変形挙動に関する実験を行ったものである。Sherbyら[1)~3)]，瀬戸ら[4)]は高炭素鋼及び高炭素低合金鋼において，また，岡出ら[5)]は高炭素低クロム合金鋼(SUJ2軸受鋼)において超塑性を見出している。それはこれらの高炭素鋼(合金鋼を含む)の高温変形能改善に対し超塑性利用の可能性を示唆している。著者らも，SKD11ダイス鋼の高温変形挙動を調べ，超塑性的な大きな伸び(200%)が出ることを見出した[6)]。一方，鳥阪ら[7)8)]は高速度鋼(KHA30)及びニッケル基合金(Mod. IN-100)を，アトマイズ粉のHIP・焼結により作成し，それぞれ最大332%及び320%の超塑性伸びを示すことを明らかにしている。そこで，本研究においてもアトマイズ粉末の焼結材料を作成し，既に報告している超塑性的伸びを示す高温変形特性[6)]に対する粉末冶金条件(HIP処理条件，アトマイジング粉末粒径等)および試験条件の影響[9)]，組織の影響等を詳細に調べ，この変形挙動を明らかにするとともに，上記の高炭素鋼及び高炭素低合金鋼との類似点及び相違点を検討した。

2. 実験方法

2・1 供試材

SKD11粉末焼結材(P/M)と同溶製材(I/M)の化学成分をTable 1に示す。粉末はアトマイジング法により作成した。P/M材及びI/M材の作成プロセスをFig. 1に示す。溶製材としては市販の圧延材を用いた。以下において，材料名中のA, B, Cはそれぞれ粉末サイズが−60/+100mesh(粉末径；149~250μm)，−100/+200mesh(74~149μm)，−200mesh(<74μm)であることを示す。また，材料名中の10, 11, 12の数字はHIP温度がそれぞれ1273K, 1373K, 1473Kであることを示す。例えば，11B材とはB粉末を1373KにてHIP処理したことを示す。P/M材およびI/M材についてAc$_1$点を測

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

	C	Cr	Mo	V	Mn	Si	S	P	Cu	Ni	N
P/M	1.56	11.82	0.95	0.34	0.39	0.27	0.007	0.01	0.04	0.06	0.031
I/M	1.47	12.68	0.83	0.25	0.36	0.32	0.001	0.03	0.08	0.17	0.024

平成4年10月2日受付 平成5年2月4日受理 (Received on Oct. 2, 1992 ; Accepted on Feb. 4, 1993)
* 名古屋大学工学部 (Faculty of Engineering, Nagoya University, / Furo-cho Chikusa-ku Nagoya 464-01)
*2 名古屋大学大学院 (Graduate School, Nagoya University)
*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.)

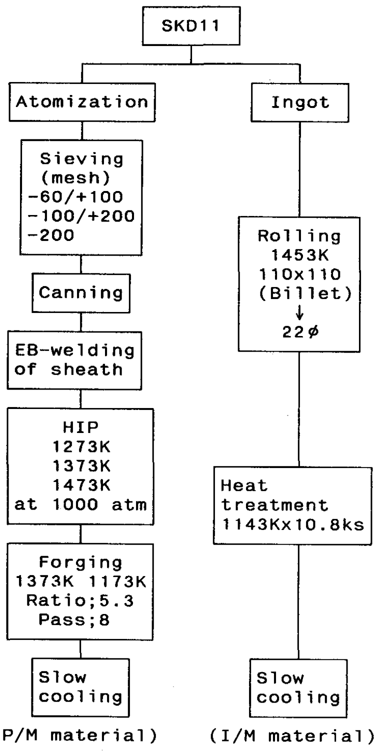

Fig.1. Processing chart of P/M and I/M materials.

定するために,示差熱分析および焼戻し硬さ測定を行った。また,炭化物の電解抽出を定電位電解選択腐食法(SPEED法[10]，電解抽出液；10%AA系電解液(10%アセチルアセトン-1%テトラメチルアンモニウムクロライド-メチルアルコール)，電解電位；+100mV，電気量；2000クーロン)により行い，抽出残渣のX線回折による同定を行った。また供試材の製造プロセス後の組織及び引張試験前後の組織を光学顕微鏡及び走査電子顕微鏡(SEM)にて観察した。

2・2 引張試験

高温引張試験には赤外線イメージ炉を装備した試験機を用い，Ac_1点の上下の1003～1103Kにおいて，5.6×10^{-5}～$1.1\times10^{-2}s^{-1}$の歪速度で行った。昇温速度は0.33K/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。用いた試験片は丸棒状で平行部長さ15mm，平行部直径4.0mmφ，肩部曲率半径1.0mm，全長は50mmである。ただし，P/M材は試験前に973K，3.6ksの焼戻し処理(空冷)を行っている。I/M材については，素材の製造プロセスの最終段階にて1143K，10.8ksの焼鈍処理を行っていること，また，それが市販材の通常のプロセスであることを重視し，P/M材で行った試験前の973K，3.6ksの焼戻し処理を省略した。引張試験においては試験前に試験温度(1003～1103k)に1.2ks保持するので，I/M材に対するこの973K，3.6ksの焼戻し処理の省略は試験結果に大きな影響は与えないと考えられる。いずれの材料も製造プロセス後の素材(丸棒材)の長さ方向が試験片の長さ方向となるように試験片を採取した。

3. 実験結果及び考察

3・1 P/M材及びI/M材の供試材の組織

P/M材の10A～12C及びI/M材の素材(受領材)の光顕組織(腐食液；ピクリン酸飽和水溶液+表面活性剤(アルキルエーテル硫酸エステルナトリウム+脂肪酸アルカノールアミド))を各々Fig. 2およびFig.3に示す。炭化物粒子が母相のフェライト中に分散している。P/M材の光顕組織では旧オーステナイト粒界が黒くエッチングされているが，10A～12C材間で旧オーステナイト粒径に大きな違いは見られない。また，炭化物もマトリックス中に一様に分布している。炭化物の同定を抽出残渣のX線回折により行った結果M_7C_3であること[11]が確認された。I/M材では，P/M材で見られないような大きな，圧延方向に細長く伸びた炭化物が所々に見られる。

3・2 焼戻し硬化挙動及びAc_1点の測定

焼戻し硬化挙動からAc_1点を推定する為に，P/M材の焼入れ焼戻しによるビッカース硬さ変化を測定した[9]。焼入れは1223～1373K，3.6ks保持した後，空冷により行った。焼戻しは573～1123Kの各温度に3.6ks保持した後空冷により行った。焼入れ温度によらず焼戻し温度の増加と共に硬さが緩やかに低下するが，800K付近では焼戻し硬化が認められた。この硬化は焼入れ温度が高いほど著しく，且つ，硬さピーク温度はやや高温側に移動している。これは通常の焼戻し硬化で，母相中に微細な炭化物が析出したことによると考えられる。1053K以上では焼戻しにより硬さは急激に増加した。この増加は，それ以上の温度への加熱によるオーステナイト変態およびそれ以後の冷却によるマルテンサイト変態によるものである。硬さの極小点は1053Kであった。この結果及び示差熱分析結果よりAc_1点はおよそ1066Kであることが分かった。また，I/M材についても，同様の測定により，Ac_1点はおよそ1053Kであった。

3・3 P/M材およびI/M材の高温変形挙動

3・3・1 P/M材の高温変形挙動におよぼす粉末粒度及びHIP処理温度の影響

(1)粉末粒度の影響

Fig. 4にHIP処理温度1473K，粉末A，B，Cの3種の材料(12A，12B，12C)の引張試験温度1053K，歪速度5.6×10^{-5}～$1.1\times10^{-2}s^{-1}$の場合の試験結果を示す。ここで試験温度として1053Kを選んだのは，イ)温間加工性能を調べたいこと，またロ)高炭素鋼及び高炭素低クロム鋼においてはAc_1点直下において伸びが大きくなるという報告があり[4,5]，ハ)本研究においても後に述べるようにAc_1点直下において伸びが最も大きくなることを確認しているので，その温度での3種の材料の伸びの比較を目的とした為である。伸び，最大変形応力はともに，A，B材ではほぼ同じ挙動を示し，歪速度の小さい場合に伸びが大きく，歪速度の増加と共に伸びは減少している。一方，C材はA，B材に比べ変形応力は大

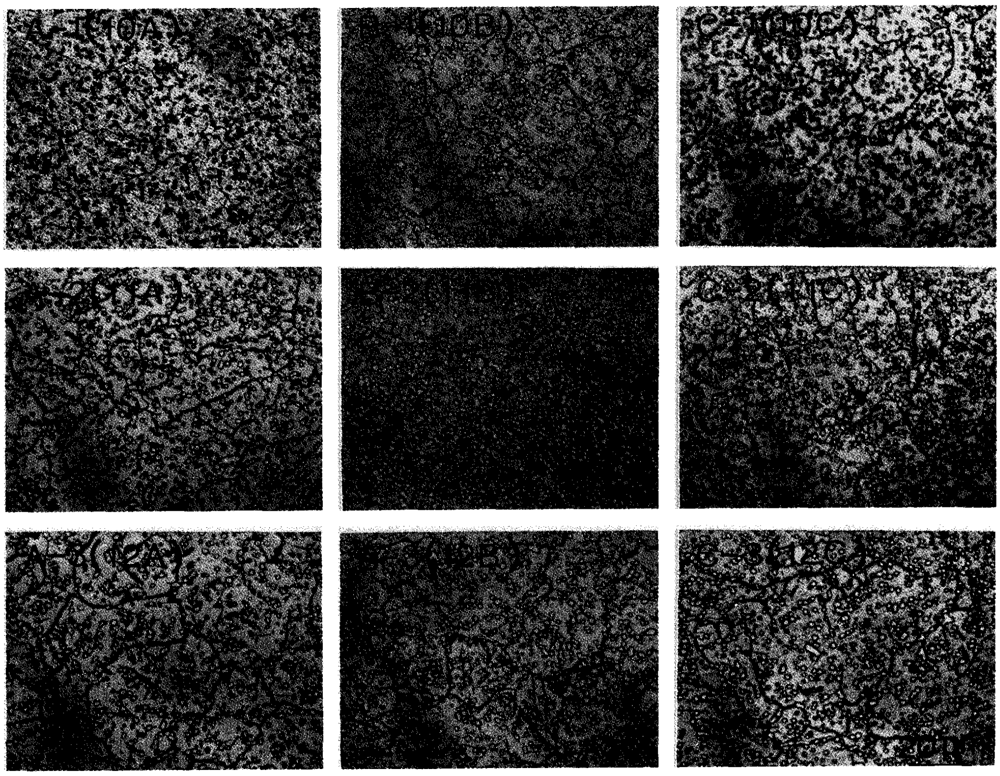

Fig.2. Optical micrographs in the longitudinal section of P/M materials.
(powder particle size(mesh): A; −60/+100, B; −100/+200, C; −200
HIP temperature: 1; 1273K, 2; 1373K, 3; 1473K)

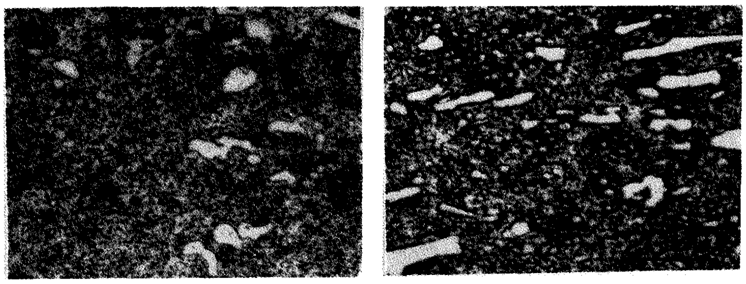

Fig.3. Optical micrographs of I/M material.
(a; perpendicular to rolling direction, b; parallel to rolling direction)

きいが伸びは小さくなっている。また，C材の伸びは歪速度にほとんど依らずほぼ一定である。C材のこの挙動は後に示すFig. 6においても見られ，一般にC材の伸びは小さいことが分かる。この理由は次のように考えられる。12A, 12B, 12C材間で光顕組織に大きな違いは認められない(Fig. 2)ので，粉末粒度の影響とは考えられない。しかし，粉末粒度が小さい場合，粉末の表面積が大きくなる為，表面酸化による酸素の混入が多いので焼結材に含まれている酸素の含有量が増加し，粉末粒径の小さい12C材中の酸素量が12A, 12B材に比べ多くなることが考えられる。そこで，12A, 12B, 12C材中の酸素含有量を分析した結果，それぞれ，71ppm, 74ppm, 137ppmであり，C材の酸素濃度が非常に高い。ハロゲン法[12]により酸化物を抽出しX線回折により分析した結果，クロム酸化物は検出されず，$VO_{0.53}$(ASTMカード37-1306)のピークのみが認められた。本鋼中にはバナジウムが3.4×10^3ppm含まれていること，またバナジウム酸化物がクロム酸化物に比べ熱力学的に安定であることから[13]，多くの酸素はバナジウムと結合し，酸化物を形成したと考えられる。従ってC材ではバナジウム酸化物が増加し，変形応力を高め，破断伸びは減少させたと推定される。滝川らもニッケル基超合金の高温変形において，酸素含有量が粉末粒径の減少により増加し伸びが減少することを報告している[14]。一方，12A材と12B材とでは光顕組織，酸素濃度ともに大きな差がないことから，伸び，最大変形応力もほぼ同じ値になったものと考えられる。

(2) HIP処理温度の影響

10B, 11B, 12B材について，1053Kにて引張試験を行った結果をFig. 5に示す。最大変形応力は10B～12B材間では

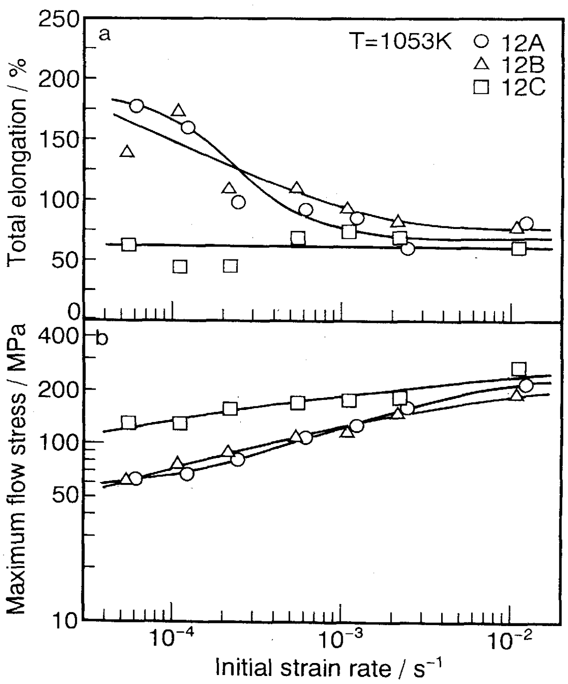

Fig.4. Changes in total elongation (a) and maximum flow stress (b) with initial strain rate in P/M materials.

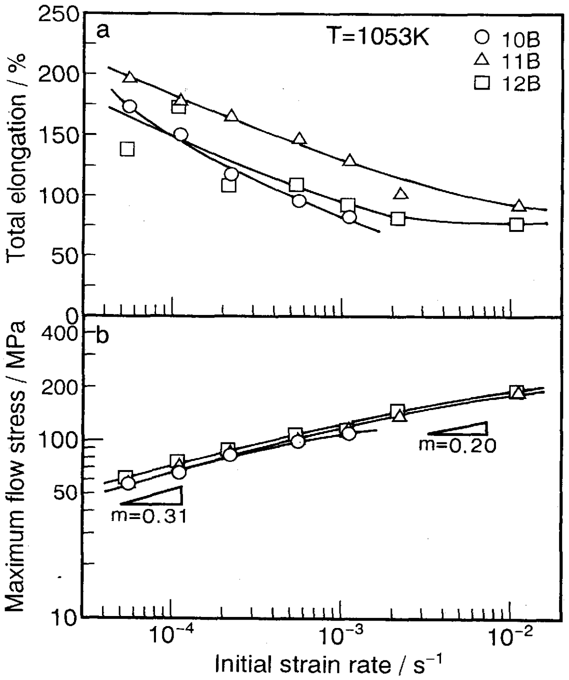

Fig.5. Changes in total elongation (a) and maximum flow stress (b) with initial strain rate in P/M materials.

とんど変わらないが，伸びは11B材が大きくなる傾向が認められる。しかし，いずれの材料も歪速度が小さい場合に伸びが大きく，歪速度の増加と共に伸びは単調に減少している。

(3) P/M材の伸び，最大変形応力に及ぼす粉末粒度，HIP処理温度の影響

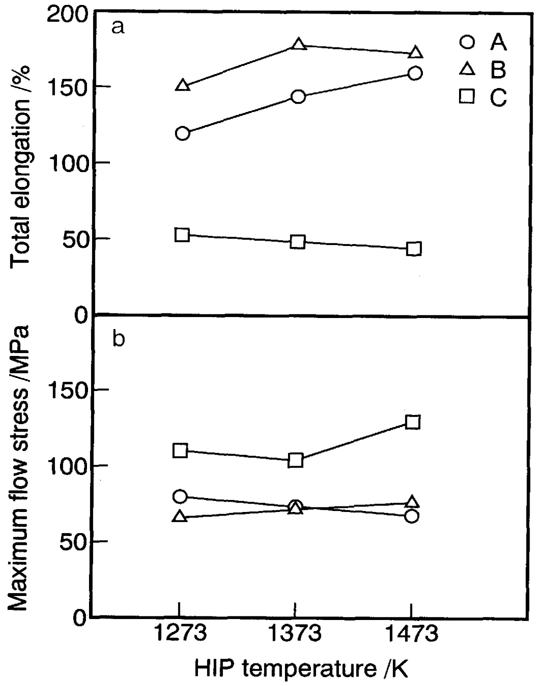

Fig.6. Influence of HIP temperature and powder particle size on the total elongation (a) and maximum flow stress (b) of all P/M materials (test temperature ; 1053K, initial strain rate ; $1.1\times10^{-4}s^{-1}$).

Fig. 6 に試験温度1053K，歪速度$1.1\times10^{-4}s^{-1}$における全材料(10A～12C)の伸び，最大変形応力に及ぼす粉末粒度，HIP処理温度の影響を示す。上で述べたようにA材とB材とは近い値を示し，C材はA, B材と比較すると伸びは小さく，最大変形応力は大きいことが認められる。また，A, B, C材の伸び，最大変形応力に対しHIP温度の影響は小さいことが分かる。これはHIP処理後，1173～1373Kでの熱間鍛造を行った為，HIP処理温度の影響が弱められたことによると考えられる。

3･3･2 P/M材とI/M材との高温変形挙動についての比較

Fig. 7およびFig. 8にそれぞれP/M材(10B)およびI/M材の伸びおよび最大変形応力に及ぼす試験温度及び歪速度の影響を示す。P/M材の伸びと，I/M材のそれとを比較すると，最大の伸びに関しては，P/M材の方が大きいが，これはFig. 2及びFig. 3に示したように，P/M材では炭化物が均一に分散しているので変形が一様に進み破断伸びが大きくなるのに対し，I/M材では大きな一次炭化物が不均一に存在するため材料内部での変形が一様に進まず，破断伸びが小さくなったためと考えられる。ただし，P/M-C材とI/M材との比較からI/M材の方が伸びが大きいので，P/M材作成において粉末粒度の調整は重要であることが分かる。

3･3･3 P/M材及びI/M材の高温変形挙動におよぼす温度及び歪速度の影響

延性の観点からは，イ)低歪速度側で，且つAc_1点直下においてP/M材は最大200%近い伸びを示すこと，そして，最大変形応力は最も小さくなること，また，ロ)Ac_1点より高

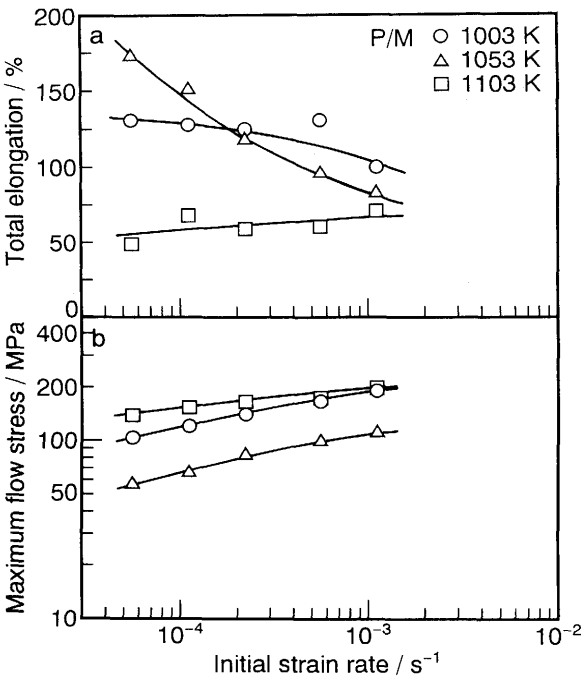

Fig.7. Influence of initial strain rate and test temperature on the total elongation(a) and maximum flow stress(b) of P/M(10B) material(Ac_1 ; 1066K).

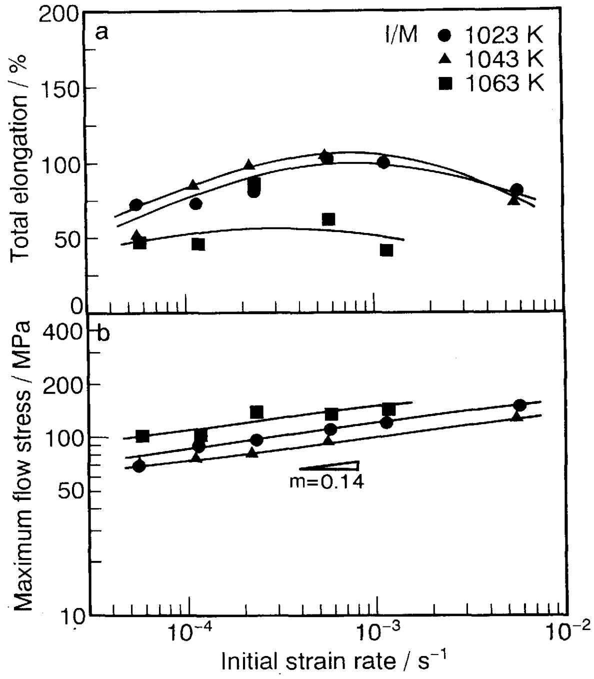

Fig.8. Influence of initial strain rate and test temperature on the total elongation(a) and maximum flow stress(b) of I/M material (Ac_1 ; 1053K).

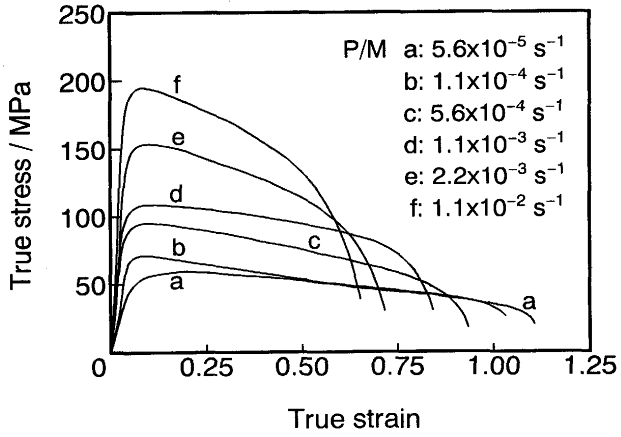

Fig.9. True stress-true strain curves of P/M(11B) material tested at 1053K.

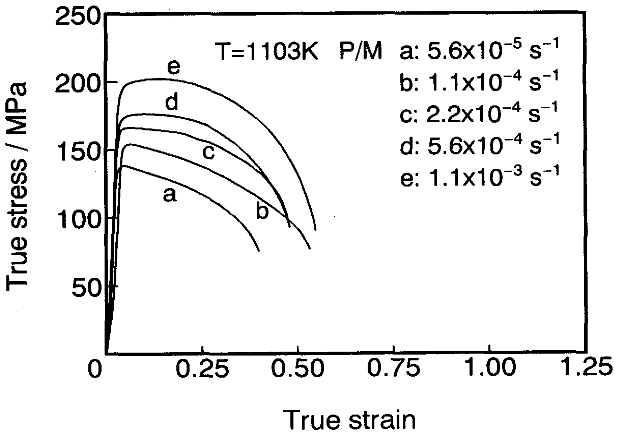

Fig.10. True stress-true strain curves of P/M(10B) material tested at 1103K.

いオーステナイト域では，歪速度によらず，伸びがあまり大きくならないことが注目される。これを応力－歪線図から調べると，Fig. 9 及びFig.10に示すように，P/M材のAc_1点直下の1053K及びAc_1点より高い1103Kにおける変形において，いずれの場合も変形の初期に変形応力の最大を示し，その後変形応力が単調に減少している。しかし，(a)最大の伸びを示す1053Kでの変形では歪速度が小さくなるほど変形応力の減少は緩やかであること（粉末粒度，HIP処理温度を変えた11B以外の材料でも同様な変形挙動を示している），一方，(b)1103Kのオーステナイト域変形では低歪速度試験においても変形応力の減少は急激で伸びも小さいことが認められる。従って，応力－歪線図においても，特に歪速度の小さい場合，Ac_1点の上下で変形挙動が大きく異なっていることが分かる。ただし，オーステナイト域において延性が低下することは，高炭素鋼[15)16)]だけでなく，極軟鋼[17)]においても既に報告されている。作井ら[17)]は極軟鋼について，動的回復がフェライト域の延性を高めると結論付けているが，本研究においても後に変形後の組織変化から考察するようにSKD11のフェライト域での変形は粒内変形が主であるので，回復過程が大きく影響することは充分に考えられる。

P/M材のAc_1点直下における伸びの大きな歪速度依存性については，伸びとm値との対応関係が，以下に述べるように成り立っている。P/M材(11B)について，Fig. 5 (b)に示すように最大変形応力の歪速度依存性より歪速度感受性指数

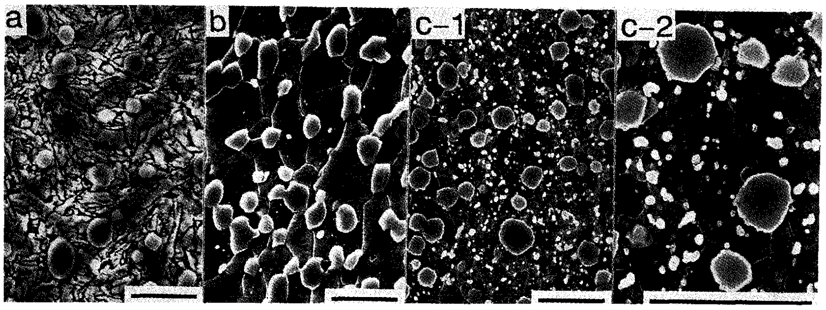

Fig.11. Scanning electron micrographs before and after tensile test at 1053K. Tensile direction is vertical direction of the photographs. Marks in the photos. indicate 4μm length. Photo. c-2 is a magnified picture of photo. c-1. (a ; before tensile test, b ; tested at $5.6\times10^{-5}s^{-1}$ (elongation ; 196%), c-1 ; tested at 1.1×10^{-2} s^{-1} (elongation ; 92%))

(m値；ここでは最大変形応力をσ_{max}，初期歪速度を$\dot{\varepsilon}_0$とするとき，$m=d(\log\sigma_{max})/d(\log\dot{\varepsilon}_0)$と定義する)が得られ(図中に値を示す)，そのm値は歪速度の小さい領域で大きく(m値；0.31)，歪速度の大きい領域で小さい(m値；0.20)ことから，定性的には，伸びの変化はm値の変化とよく対応していると言える。しかし，Fig. 8 に示すようにI/M材の場合，m値は歪速度によらずほぼ一定(m値；0.14)で，伸びとm値との対応性は明確でなく，また，いわゆる〝伸びとm値との対応性〟からだけでは材料中に起きている現象が明瞭には理解出来ないので，変形に伴う組織変化を観察し，材料中に起きている現象を調べる必要があり，その結果につき以下に述べる。

3･3･4　P/M材の引張変形前後の組織変化

Fig.11にP/M-11B材の1053Kでの試験前後の走査電顕による組織観察結果を示す。Fig.11(a)は引張試験前の組織で，母地には焼戻しマルテンサイトラス組織が見られる。Fig.11(b)，11(c)は引張試験後の平行部の組織であり，Fig. 11(b)は$5.6\times10^{-5}s^{-1}$の低歪速度において試験を行った後の組織を，Fig.11(c)は$1.1\times10^{-2}s^{-1}$の高歪速度において試験を行った後の組織を示す。Fig.11(b)において，変形によりマルテンサイトラスは消失し直径2～3μmのフェライト粒となっていること，また，引張方向にフェライト粒が伸びていることが観察される。また，Fig.11(c)においても，平行部では変形によりマルテンサイトラスは消失し，直径1μm以下のフェライト粒となっていること，及び，引張方向にフェライト粒が伸びていることが観察される。試験片のチャック部の組織観察では加熱によるマルテンサイトラスの消失は見られるが，フェライト粒の引張方向への伸びは見られない。このフェライト粒の引張方向への伸びは変形の初期(50%伸び)から認められている[18]。特に，5.6×10^{-5} s^{-1}の低歪速度試験においては，200%近い大きな破断伸びが得られるにも関わらず，フェライト粒が引張方向に伸びていることから，この大きな伸びはいわゆる〝粒界すべりによる超塑性的変形〟によるものではなく，粒内変形によるものであることが分かる。

一方，岡出らも高炭素低クロム鋼(SUJ2)について，Ac_1点以下でAc_1点に近い温度において，歪速度が小さい場合($2.8\times10^{-4}s^{-1}$)，800%に達する大きな超塑性が得られることを報告し[5]，また，その活性化エネルギー測定より，粒界拡散に律速された粒界すべりが重要な役割をしていると考察している。岡出らは変形中及び試験後の組織は観察していないが，筆者らがSUJ2の変形中の結晶粒の変化を観察したところ，少なくとも変形の中期までは等軸結晶粒組織を示し，粒界すべりを示唆し，変形の後期ではフェライト粒の引張方向への伸びが見られ，粒内変形を示していた[18]。SKD11とSUJ2の変形挙動の違いの原因は次のように考えられる。本研究で用いたSKD11材のフェライト粒径は岡出らの材料とほぼ同じ(～0.8μm)であるが，炭化物がSUJ2では平均径が0.3μmの球状セメンタイトであり，SKD11では平均径が約1μmのM_7C_3型の一次炭化物およびさらに微細なM_7C_3型の二次炭化物である。そして，SKD11では平均径が約1μmの大きな一次炭化物が粒界に多く存在することが観察されたことから，SKD11では粒界すべりが阻害され，粒内変形が主たる変形機構になったと考えられる。炭化物の種類の違いの影響は今後さらに検討する必要があると考えられる。

4. 結論

SKD11のP/M材及びI/M材の高温変形挙動，特に伸びに対する歪速度，試験温度，また，P/M材については粉末粒径，HIP処理温度の影響を調べ，以下の結論を得た。

①P/M材の高温延性に対する粉末粒径あるいはHIP処理温度の影響は小さかった。しかし，粉末粒径が小さい場合，酸化による酸化物粒子($VO_{0.53}$であると考えられる)が増加したために，伸びは低下する傾向が認められた。

②P/M材，I/M材のいずれにおいても，Ac_1点直下での引張変形において100%を越える最大破断伸びを示した。P/M材では低歪速度の変形下で200%近い大きな伸びが得られた。P/M材の伸びは粉末粒径が最も小さい場合を除き，I/M材より優れていることを確認した。

③P/M材のAc_1点直下，低歪速度で200%変形後の組織は，

フェライト粒が粗大化し，引張方向に伸びているが，破断伸びが小さい高歪速度変形下では微細なフェライト粒が保持されていた。これより，SKD11材の大きな伸びは，いわゆる〝粒界すべりを主要因とする超塑性〟ではなく粒内変形を主とする変形であることが明らかになった。

供試材作成に当り，大同特殊鋼(株)の草加勝司氏及び須藤興一氏にお世話になったことを付記し感謝の意を表する。

文　献

1) O.D.Sherby, B.Walser, C.M.Young and E.M.Cady：Scr. Metall., **9** (1975), p.569 [Pergamon Press]
2) T.Oyama, J.Wadsworth, M.Korchynsky and O.D.Sherby：Proc. of the 5th Intern. Conf. on the Strength of Metals and Alloys, ed. by P.Haasen, V.Gerold and G.Kostarz, (1979), p.381 [Pergamon Press]
3) J.Wadsworth, J.H.Lin and O.D.Sherby：Met.Technol., 8 (1981), p.190
4) 瀬戸一洋，佐伯真事，加藤俊之，篠崎正利，阿部英夫：材料とプロセス，**2** (1989), p.747
5) 岡出元宏，時実正治，O.D.Sherby：鉄と鋼，**67** (1981), p.140
6) Mo Jianping, 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]
7) 鳥阪泰憲，臼井一郎，中沢克紀，宮川松男：鉄と鋼，**71**(1985), p.735
8) 鳥阪泰憲，中沢克紀，宮川松男：鉄と鋼，**72** (1986), p.815
9) 莫　建平，柴田　昭，宮原一哉，細井祐三：学振耐熱金属材料第123委員会研究報告，**33** (1992), p.291
10) 黒沢文夫，田口　勇，谷野　満：日本金属学会会報，**20**(1981), p.377
11) 門間改三：鉄鋼材料学（改訂版），(1989), p.419 [実教出版]
12) 鎌田　仁：最近の鉄鋼状態分析，(1979), p.36 [アグネ]
13) 金属データブック（改訂2版）（日本金属学会編），(1984), p.90 [丸善]
14) 滝川　博，岩井健治，河合伸泰：塑性と加工，**27** (1986), p.397
15) 砂田久吉：日本金属学会会報，**16** (1977), p.487
16) J.L.Robbins, O.C.Shepard and O.D.Sherby：Trans. ASM, **60**(1967), p.205
17) 作井誠太，酒井　拓，村瀬暉生：日本金属学会誌，**39** (1975), p.535
18) 莫　建平，柴田　昭，宮原一哉，細井祐三：熱処理，**33**(1993) No.4掲載予定