論説

Paper

1C-8Cr系高温焼戻し冷間工具鋼の経時寸法変化におよぼす残留オーステナイト安定化の影響

松田幸紀^{*1}, 坂本良昭^{*2}

Influence of the Stability of Retained Austenite on Elapsed Dimensional Change of 1C-8Cr Type Cold Work Die Steel Tempered at Higher Temperature

Yukinori Matsuda and Yoshiaki Sakamoto

Synopsis

The elapsed dimensional change characteristics of 1C-8Cr cold work die steel were studied by considering tempering temperature and subzero treatment. Elapsed dimensional change becomes extremely large when tempered at higher than 773K compared with low temperature tempering. It is caused by the chemical instability and increased strain of retained austenite derived from martensitic transformation after high temperature tempering.

To decrease elapsed dimensional change while keeping the high hardness at high temperature tempering, it is effective to add the stabilizing treatment: additional tempering at 625K to 753K. Subzero treatment, however, can not work effectively to suppress dimensional change, and also requires the stabilizing treatment.

The mechanism to prevent this dimensional change is discussed from a view point of stabilizing behavior of small amount of retained austenite.

1. 緒 言

金型のワイヤ放電加工や PVD 処理などの表面処理の普及により、冷間加工分野でも残留応力に起因した加工後の歪みの発生や表面処理温度が 400℃ 以上の高温であることによる母材硬さの低下などの問題が顕在化した。これらに対処するため汎用冷間工具鋼 JIS SKD11 は、熱処理条件に従来の低温焼戻しに加え 773 ~ 823K の焼戻しが制定されるなど、にわかに高温焼戻し処理が注目されるようになった。

この趨勢に先立ち、筆者らは冷間工具鋼のベースとなる高 C-高 Cr 系鋼の焼入特性¹⁾、高温焼戻し特性に及ぼす C, Cr の影響を検討し^{2), 3)} 高硬度でかつ靱性の高い高温焼戻し用冷間工具鋼を開発し実用化するに至った。これらの研究から得られた 1C-1Si-8Cr-2Mo 系鋼は、一次炭化物量の適正化による靱性向上と高温焼戻しで高硬度が得られる

ことを特徴とするが、SKD11 と比較して残留オーステナイトの分解など高温焼戻しの挙動が若干異なっている。そこで適正な熱処理条件選定のために、高温焼戻し挙動を残留オーステナイトの分解挙動の観点からも明らかにしてきた^{4), 5)}。

一方、近年の金型加工はさらに高精度が要求され、高精度な順送型では寸法精度が 200mm 当たり 10 μm 以下など、仕上げ加工後の型寸法もより厳しいものとなっている。従来経時寸法変化量は、低温焼戻し処理材に対し高温焼戻し材の方が大きいとされ、高温焼戻し後の経年変形低減策としてサブゼロ処理や追加焼戻しなどが行われてきた。しかし経時変化挙動や変化量低減熱処理の機構は十分には解明されているとは言い難い^{6), 7)}。

そこで本研究は経時寸法変化量（以下経時変化と記述）に及ぼす高温焼戻し処理、サブゼロ処理、追加熱処理の影響を明らかにするとともに、高温焼戻し処理時の残留オー

2000 年 3 月 6 日受付

* 1 大同特殊鋼(株)技術開発研究所 (Research & Development Lab., Daido Steel Co., Ltd.). * 2 大同特殊鋼(株)技術サービス部 (現: 日本金型材(株)技術サービス部) (Formerly with Metallurgical Service Dept., Daido Steel Co., Ltd., Currently with Technical Service Dept., Japan Mold Steel Co., Ltd.)

ステナイトの不安定化・安定化挙動と経時変化の関わり、さらには安定化の機構を検討した。

2. 実験方法

供試材の化学成分を Table 1 に示す。本供試材 SteelA (以下 A 鋼), SteelB (以下 B 鋼) はいずれも高温焼戻し硬

Table 1. Chemical compositions of test steels(mass%).

Steel	C	Si	Mn	Cr	Mo	V
SteelA	0.96	0.96	0.39	7.83	1.97	0.26
SteelB	0.67	0.50	0.40	1.98	2.02	0.31
SKD11	1.45	0.33	0.41	12.70	0.82	0.29

さは 62 ~ 63HRC が得られ、A 鋼は比較鋼の SKD11 に対して一次炭化物量が 1/2 程度である。また B 鋼は A 鋼組成の 1303K 加熱時のオーステナイト中に固溶される組成を Thermo-Calc により計算した成分に相当する。各鋼ともに大気溶製した商用サイズの鋼塊を 27mm × 210mm に圧延し焼なましを実施した。

経時変化処理実験は上記供試材より 25mm × 200mm × 300mm サイズの試験片を作製後、真空熱処理炉により焼入れを行った。焼入れは加熱温度 1303K で 1h 保持後ガス圧 2bar の窒素で室温まで冷却した。サブゼロ処理は液体窒素とドライアイスにより 203K, 77K に調整したサブゼロ処理炉に 1.5h 保持後空冷した。焼戻しは雰囲気炉を用い焼戻し温度 473 ~ 873K で 3h 保持後空冷を行った。各熱処理を終了後 295K ± 1K に保持された恒温室に保管し、MITUTOYO 製 BH715 三次元測定器により基準点を設け 25, 200, 300mm 切片の長さを測定した。測定は最終熱処理後 1 ~ 300 日まで実施した。

これとは別に同一条件の熱処理に加え様々な条件の熱処理による解析実験を B 鋼を主体に行った。焼入れ、焼戻し塩浴炉および赤外線加熱炉により制御熱処理を実施した。焼入温度は 1303K であり 15min の保持後油冷、および制御冷却を行った。焼戻し処理は 473 ~ 873K の焼戻し温度で 2h 保持後空冷し、これを 1 から 3 回繰り返した。熱処理後の残留オーステナイト量および格子定数、半価幅測定により残留オーステナイトの C 量変化、歪み推定などを行った。残留オーステナイト量は X 線回折装置を用い次式以外の回折面も加え、5 面 6 組より算出した値の平均値を用いた。なおターゲットは Co を用いた。

$$V_r = 1 / \{ 1 + 0.61 (\frac{-211}{-220}) \times 100\%$$

ここで、 V_r : 残留オーステナイトの体積率

-211 : 相 (211) の回折強度

-220 : 相 (220) の回折強度

また高温焼戻し保持中および冷却過程での変態挙動は Formaster-F を用いて測定した。さらに薄膜試料による内部組織の透過電子顕微鏡観察も行った。

3. 実験結果

3.1 焼戻し条件と経時寸法変化挙動

A 鋼, B 鋼および SKD11 の焼入温度 1303K より油中冷却後、焼戻し温度 473 ~ 853K で焼戻した場合の硬さおよび残留オーステナイト量を Fig.1 に示す。焼戻し硬さ曲線

Fig. 1. Effect of the tempering temperature on the hardness and the amount of retained austenite of test steels.

は A 鋼, B 鋼は同一挙動を示し、SKD11 とは異なる。高温焼戻しの最高硬さは A 鋼, B 鋼ともに 62.5HRC ~ 63HRC であり焼戻し温度 803K なる条件で得られる。一方 SKD11 は焼戻し温度 783K で 59HRC の硬さである。また残留オーステナイトの分解開始温度および完全に消失する温度は A 鋼, B 鋼が SKD11 と比較して約 20K 高温側にある。

これらの鋼種の焼戻し温度と経時変化に關しての実験結果を示すことにする。Fig.2 に A 鋼および SKD11 の 453K 焼戻し、および高温焼戻しで最高硬さが得られた 773K ~ 803K の焼戻し後の経時変化量を示す。300mm 長さ方向の経時変化は両鋼種とも 100 日経過後も低温焼戻し状態では 5 μ m/300mm 以内であるが、高温焼戻し状態では経過日数が 1 ~ 30 日の間で大きく膨張しその後漸増傾向を示す。焼戻し後 100 日で SKD11, A 鋼はそれぞれ 40 μ m/300mm, 80 μ m/300mm の膨張を示す。これは低温焼戻し対比で 10

Fig. 2. Relation between elapsed time and dimensional change of Steel A and SKD11.

倍以上の膨張量である。両鋼とも低温焼戻しと高温焼戻しで大きな差異を生じたため、経時変化におよぼす焼戻し温度の影響を A 鋼について調べた。焼戻し後 100 日経過した時点の長さ変化は Fig.3 に示すように、焼戻し温度の影響

Fig. 3. Relation between tempering temperature and elapsed dimensional change of Steel A.

響を大きく受け、焼入れままでは $65 \mu\text{m}/300\text{mm}$ の膨張から 453K 焼戻し後の膨張量は $1 \mu\text{m}/300\text{mm}$ に大幅に低減、773K 焼戻しでは再び膨張に転じ 803K で最大量となり、さらに高温焼戻しでは減少し 873K ではほぼゼロに近づく。残留オーステナイトが経時変化に影響することは低合金鋼では論じられている。本鋼種でも残留オーステナイトの

分解が開始し終了する温度範囲と経時変化の大きな焼戻し温度とは対応している。

残留オーステナイトの分解が開始し終了する温度範囲では、焼戻し回数を増加すると残留オーステナイト量も減少する。そこで高温焼戻し時の経時変化挙動を残留オーステナイト量の観点から把握するために、経時変化量におよぼす焼戻し回数の影響を調べた。Fig.4 に焼戻し温度 803K、

Fig. 4. Relation between Number of tempering on elapsed dimensional change of Steel A.

813K における焼戻し回数と 100 日経過後の経時変化の関係を示す。いずれの温度でも焼戻し回数が増加するほど経時変化量は減少傾向を示す。以上の条件から得られた残留オーステナイト量と 100 日経時変化量の関係を Fig.5 に示す。

Fig. 5. Relation between amount of retained austenite and elapsed dimensional change of Steel A.

残留オーステナイトの分解がない773Kより低温の焼戻しおよび焼入れままでは同一残留オーステナイト量でも経時変化は異なる。

一方、773K以上の残留オーステナイトが分解する高温焼戻しの場合も傾向が異なる。残留オーステナイト量が少ない条件では残留オーステナイト量の減少とともに経時変化も小さくなるが、残留オーステナイトが多く残存する条件ではこの傾向からは外れる。このように経時変化は単純に残留オーステナイト量では整理できないことが判った。

3.2 安定化熱処理と経年変形挙動

A鋼は高温焼戻し時の経時変化量が最大となる条件近傍で、焼戻し最高硬さが得られる。高硬度を維持し、かつ経時変化量を低減させるため、高温焼戻し後に実施する焼戻し温度より低温の追加加熱処理およびサブゼロ処理の有効性を検討した。

Fig.6は変化量が最大となる高温焼戻し温度803Kおよび813Kで2回焼戻し後、473K～803Kの各温度で1hの

Fig. 6. Effect of additional tempering temperature on the elapsed dimensional change of Steel A.

追加加熱処理を1回行った後の100日経過後の経時変化量を示す。803K焼戻しままでは80 $\mu\text{m}/300\text{mm}$ 程度で加熱温度上昇とともに変化量は低減し623Kから753Kの加熱処理により変化量は10 $\mu\text{m}/300\text{mm}$ 以下となる。さらに加熱温度を上昇させると32 $\mu\text{m}/300\text{mm}$ 程度まで増大する。623Kから753Kの追加加熱処理は焼戻し硬さを低下させず経時変化量を低減できる安定化熱処理といえる。

また Fig.3の焼戻し温度との関係と対比すると高温焼戻し後の追加熱処理温度が473Kでは変化量が大きく、さらに再び増大に転ずる温度もやや高温側であり、高温焼戻し状態の残留オーステナイトの安定性が焼入れ状態よりも低いことを示唆している。

次に経時変化におよぼすサブゼロの影響を述べる。焼入れ後203K、77Kで1h保持するサブゼロ処理を実施し、さらに803Kの焼戻しを2回実施した場合の、サブゼロ処理温度と経時変化量の関係を Fig.7に示す。サブゼロ処理を

Fig. 7. Effect of subzero treatment temperature on the elapsed dimensional change and the amount of retained austenite of Steel A.

実施すると経時変化量は約1/2に低減するがサブゼロ処理温度77Kでも35 $\mu\text{m}/300\text{mm}$ の膨張傾向を示す。本条件の残留オーステナイトは77Kサブゼロ処理後に803K焼戻しを施すと1%以下となるが完全には消滅しない。以上より77Kサブゼロ処理でも高温焼戻し後の経時変化を10 $\mu\text{m}/300\text{mm}$ 以下にはできないことが明らかとなった。

3.3 焼戻し残留とMs点 格子定数変化

本節では高温焼戻し後の残留オーステナイトの挙動について述べる。

Fig.8はA鋼とB鋼の各焼戻し温度の焼戻し冷却中のMs点を測定した結果である。B鋼はA鋼と同様に膨張変態点が測定され、焼入れ状態の基底元素をほぼ等しくした両鋼の焼入れ冷却、焼戻し過程の特性も同様な傾向であることを示している。

A鋼のマトリックス組成鋼に相当するB鋼を供試材として、両鋼種の高温焼戻し後に残存する残留オーステナイ

Fig. 8. Relation between tempering temperature and Ms temperature of Steel A and B.

トの特性変化を把握した .Fig.9 は 1303K および 1343K で

Fig. 9. Relation between tempering temperature and lattice constant of retained austenite of Steel B.

焼入れ後、各温度で焼戻した後のオーステナイトの格子定数変化を示す。格子定数はいずれの焼入れ温度で焼入れした場合も焼戻温度の上昇とともに低下する。また同一焼戻温度では焼入れ温度が高いほど格子定数は大きい。

Fig.8, Fig.9 の Ms 点および格子定数はともに残留オーステナイト中の固溶 C 量および固溶合金元素量の変化に対応する特性である。ここでは焼戻し加熱中にオーステナイト中の固溶 C 量が減少しその結果 Ms 点が上昇しマルテンサイト化が生ずるものととらえてみる。石田らの Ms 点

算出式⁸⁾で計算すると C 量の [%C] の係数は -330 であり、0.1%C の減少で 33K の Ms 点の上昇となる。一方、Fe-C 合金の焼入れ材における残留オーステナイト中の炭素濃度と格子定数の関係式は Cheng ら⁹⁾が無応力状態の換算式として

$$a_0(\text{Å}) = 3.573 + 0.033(\text{wt\%C}) \quad a_0: \text{格子定数}$$

を提案している。

1303K 焼入れにおける焼戻し温度を 773K から 813K まで変化させた場合の格子定数低減量 0.012 Å は、C 量のみで換算すると残留オーステナイト中で 0.36% の C 量低減が生ずることになる。

これより 0.36% の C 減少により 119K の Ms 上昇が生ずることになり、B 鋼の Ms 点上昇温度 150K と比較すると比較的一致しており、前述の推定を裏づけている。

残留オーステナイトの追加加熱処理後の格子定数変化を Fig.10 に示す。焼戻し温度が 783K、793K いずれも追

Fig. 10. Relation between additional tempering temperature and lattice constant of retained austenite of Steel B.

加加熱処理温度が変化しても変化は 0.003 Å 程度であり、前述の高温焼戻しによる 0.01 Å 以上の変化と比較すると小さい。これは追加加熱処理による固溶元素量変動はほとんどないことを示している。高温焼戻し後の 753K 以下の追加加熱により経時変化による膨張量が激減する原因としては残留オーステナイトの熱的安定化によるものと考えられ、後に考察を加える。

Fig.11 に焼入れ後の室温放置時間とその後 77K ~ 300K 間でサブゼロ処理した場合の残留オーステナイト量を示す。サブゼロ処理温度が低下するとともに残留オーステナ

イト量は減少するが、経過時間の延長とともに安定化し、77K でも完全には分解しないことを示している。

Fig. 11. Relation between delayed time before subzero treatment, subzero temperature and amount of retained austenite of Steel B.

4. 考 察

以上の結果、高温焼戻しおよびサブゼロ処理によっても残留オーステナイトは完全には分解せず、わずかにでも残存する場合には、経時変化は大きいこと、673K ~ 753K の追加熱処理により変化量は激減することなどが明確にできた。

ここでは本組成鋼の高温焼戻しによる残留オーステナイトの不安定化および安定化機構について考察を加える。

4.1 高温焼戻し後の残留オーステナイトの不安定化

Fig.12 は高温焼戻し後のオーステナイトの半価幅の測

Fig. 12. Relation between tempering temperature and half-maximum breadth of retained austenite of Steel B.

定結果を示す。半価幅は焼戻し温度が 783K から 793K に上昇するほど増大する。残留オーステナイト量は 793K が減少しているにもかかわらず、半価幅が増大することは、オーステナイト中の歪みは焼戻し温度が高いほど増大することを示唆しており、上記機構を裏づけている。松田は高炭素鋼における焼戻し時の残留オーステナイト分解時のオーステナイトへの影響を積分幅の増大で解析し¹⁰⁾、分解時のマルテンサイト化が残留オーステナイト中への歪みを加えると述べており、残留オーステナイトの歪みは安定化に寄与するとある。本結果でも歪みの発生は同様に生じているがその影響はむしろ不安定化に作用している。転位の存在はマルテンサイト化に対して、マルテンサイト化の核となる場合の不安定化、逆に成長の障害となる場合の安定化と両者の要因に働く¹¹⁾とある。本研究の組成では高温焼戻し状態で存在する残留オーステナイトは、化学的な不安定と歪みの増大とが加わった状態で存在し、残留オーステナイト量は少ないがゼロにならない限りより不安定な状態であり、これが経時変化の膨張原因となるものと推定される。さらに今回の経時変化は 200mm 長さ方向、300mm 長さ方向ともほぼ等方的な変化率である。そこでオーステナイトがマルテンサイト化した場合の概略の体積変化を次式で計算してみる^{12), 13)}。

$$\text{体積変化率} = 4.47 - 0.53(C\%)$$

ここで固溶 C% を 0.6% とし膨張量を算定すると 30 μm/300mm の膨張は残留オーステナイトが 0.22% マルテンサイト変態することで生ずる。これは X 線回折法による残留オーステナイト量の検出限界よりも小さな値であり¹⁴⁾、前節の経年変化量を残留オーステナイト量変化で追跡することはできない。これらの極少量の変化で経時変化が生ずることから、残留オーステナイトの不安定性が経時変化の第一要因として働き、残留オーステナイト量は 2 次要因であることがこれまでの結果からも結論づけられる。

また、残留オーステナイトは、格子定数変化で推定される固溶量減少による化学的不安定化とともに、残存する残留オーステナイトはまわりの膨張変態により大きく歪みを加えられることを述べたが、その歪みは周りの膨張変態量が大きいほど大きくなると考えられる。

これは最終の熱処理時の膨張変態量すなわちマルテンサイト変態量に対する残留したオーステナイト量の比が小さいほど大きくなるものと考えられる。Fig.13 に残留オーステナイトからマルテンサイトへの変態量と残留オーステナイト量の関連を示すが、この比が小さいほど経時変化は減少している。

Fig.14 に B 鋼の 803K 焼戻し後の TEM 観察結果を示す。残留オーステナイトはラスマルサイトに囲まれ存在し、歪みを受けやすい位置に残存していると考えられる。

Fig. 13. Relation between the ratio of retained austenite volume to transformed volume and elapsed dimensional change of Steel B.

Fig. 14. Transmission electron micrograph of Steel B tempered at 803K.

a) B.F.I., b) D.F.I. of austenite

4.2 残留オーステナイトの安定化機構

Fig.15 は残留オーステナイトの半価幅に及ぼす安定化処理温度の影響を示す。追加加熱温度が 300K から 673K 間では温度上昇とともに残留オーステナイトの半価幅は低下している。これは貯えられた歪みが高温保持中に開放

Fig. 15. Effect of half-maximum breadth of retained austenite on elapsed dimensional change of Steel B tempered at high temperature.

することを示している。その程度は高温ほど顕著であるが、773K 加熱では再び増加に転じていることから、加熱後の冷却で膨張変態を生じ残存した残留オーステナイトに再び歪みを蓄積したものと推定される。ここからも残留オーステナイト量よりも不安定化度合いが経時変化に大きく影響することが裏付けられる。

次にサブゼロ処理によっても経時変化量を大幅に低減できなかった理由を考察する。拡散をともなう化学的不安定化の変化はサブゼロ処理によってもはきわめて小さい。低合金鋼では焼入れ後の室温保持中にも残留オーステナイトが熱的安定化することが論じられているが、本組成でも同様の傾向が認められる。

一方 77K でのサブゼロ後の残留オーステナイトの半価幅は、Fig.16 に示すように 20h 経過材が残留オーステナイト量が多いにもかかわらず直接サブゼロ材よりも小さい。これは高温焼戻し状態と同様に、経時変化量を論ずる場合は残留オーステナイト量の大小のみならず、その安定性が大きく影響することを示唆している。

サブゼロ処理を付与した場合、残存する残留オーステナイトは歪みが増大しむしろ不安定になる。これより残留オーステナイトの完全な消滅が望めないサブゼロ処理後には高温焼戻し処理後と同様に 623K ~ 753K の安定化処理を加えることで経時変化量を低減させるなどの必要があるものと判断される。

最後に本組成の経時変化中の挙動を推定してみる。不安定な残留オーステナイトのマルテンサイト化が時間経過で生じ、これは自由エネルギー的に不安定な相の安定相への遷移を歪みが駆動力として働き加速される現象と言え

Fig. 16. Relation between delayed time before subzero treating and half-maximum breadth of retained austenite of subzero treated Steel B.

る。その歪みが緩和された時点で経時変化は飽和に達するものと理解できる。その歪みの大小は化学的安定性が固溶元素減少により低減し、焼戻し冷却中にマルテンサイト変態した量が残留オーステナイト量と比較しいかに多いかが左右するものと結論づけられる。また、室温におけるマルテンサイトの分解、すなわち炭化物の析出による収縮傾向も認められるが、その影響は残留オーステナイトの影響に比べ小さいことは経時変化飽和後収縮量が小さいことでも明らかと言える。

5. 結 言

1C-8Cr 系冷間工具鋼の高温焼戻し後の経時寸法変化に関してその残留オーステナイト挙動をもとに検討し以下の結果を得た。

- (1) 高温焼戻し後に微量の残留オーステナイトが残存する焼戻し条件では、残留オーステナイトの不安定化により経時寸法変化量が、低温焼戻しよりも大きくなる。
- (2) 高硬さを維持し経時変化を低減させるためには 623K ~ 753K の追加焼戻しが安定化処理として有効である。
- (3) 残留オーステナイトの不安定化は高温焼戻し保持中に残留オーステナイトの固溶 C 量変化が生じ、焼戻し冷却時のマルテンサイト化によりさらに残存するオーステナイトに歪みを加えることによる。
- (4) 高温焼戻し後の安定化熱処理の役割としては、おもに残留オーステナイトの歪みを低減させることである。
- (5) サブゼロ処理後の残留オーステナイトはむしろ安定性が低下する。経時変化を少なくするためには安定化処理な

どを加える必要がある。

(文 献)

- 1) 伊藤一夫, 常陸美朝, 松田幸紀: 電気製鋼, 53(1982), 265
- 2) 須藤興一, 常陸美朝, 松田幸紀: 鉄と鋼, 71(1985), S1543
- 3) Y. Matsuda, and K. Sudo: 1993 Powder Metallurgy World Congress(1993), 1205
- 4) 松田幸紀, 須藤興一, 常陸美朝: 電気製鋼, 60(1989), 311
- 5) 松田幸紀, 須藤興一: 電気製鋼, 64(1993), 140
- 6) J. W. J. Ye: Proc. of the 5th Pacific Rim International Conf. On Tool Steels for Die and Molds, Shanghai(1998), 245
- 7) 渡辺義雄, 西沢誠夫, 杉本公一, 三輪一平: CAMP-ISIJ, 11(1998), A50
- 8) K. Ishida: CALPHAD 24th PRESYMPOSIUM, 11-12, (Nov., 1994)
- 9) Cheng, L., Bottger, A. de Keijser, Th. H., Mittemeijer, E. J.: Scripta Metall., 24(1990), 509
- 10) 松田明教: 日本金属学会誌, 36(1972), 787
- 11) 西山善次: マルテンサイト変態(基本編)(1971), 219, [丸善]
- 12) Lement, B. S.: Distortion in Tool Steels, ASM (1956)
- 13) Metals Handbook 8th Edition, 1(1961), 655
- 14) 円山 弘: 熱処理, 17(1977), 198