

技術資料

Technical Data

SKD61の γ メモリー効果におよぼす焼鈍条件の影響

河野正道*

Influence of the Annealing Condition on the Austenitic Grain Boundary Memory Effect of SKD61

Masamichi KAWANO

Synopsis

Microstructure change of SKD61 through heat treatment was investigated with regard to prior austenitic grain size. Tempered martensite with coarse grain was annealed then quenched from 1030 °C. The annealing temperature was set at 860 °C or 900 °C. A temperature of 860 °C is intermediate between Ac1 temperature and Ac3 temperature, while 900 °C is just over Ac3 temperature. The initial coarse grains remain after quenching even after three repetitions of 860 °C annealing. Grain boundary at quenching is the same as in the initial tempered martensite. The austenitic grain boundary memory effect was observed. In contrast, grain refinement was accelerated in the case of 900 °C annealing. Repetition of annealing leads to finer grain structure. It could be concluded that annealing beyond Ac3 temperature for coarse microstructure gives a fine grained structure by avoiding the memory effect.

1. 緒言

SKD61 (AISI H13) はダイカスト金型に広く用いられる 5Cr 系熱間ダイス鋼である。入手しやすく被削性の良い SKD61 は、焼入れ性や耐ヒートチェック性に難があるものの、多くの改良鋼^{1)~4)}が開発された現在でも汎用鋼として重要な役割を果たしている。

金型を寿命に至らせる要因の1つが、内冷孔からの水漏れを誘発する深い亀裂（以下、大割れという）である。大割れは、金型の交換による生産性の低下や型費の上昇を招く。したがって、ダイカストにおいては金型の大割れ回避が必須である。

亀裂進展の抑制による大割れ回避に対して、焼入れ時のオーステナイト（以下、 γ という）結晶粒を 50 μm 以

下に微細化することは有効である。金型の旧 γ 粒径が 150 μm 以上の場合、その粗大粒は焼入れ加熱中に微細粒から成長したものと判断されることが多い。一方、旧 γ 結晶粒の粗大な組織を γ 化しても結晶粒は元の粗大なまま、という現象^{5)~7)}（以下、 γ メモリー効果という）が知られている。焼入れ加熱中の粒成長と γ メモリー効果では粗大粒の成因が異なる。結晶粒の微細化による金型寿命の高位安定化には、粗大粒の来歴を正しく理解し適切な細粒化策を講じることが必須である。

本稿では、Ac1 点を超える焼鈍（以下、SA という）の温度と回数が焼入れ時の γ 粒径におよぼす影響を「旧 γ 結晶粒の粗大なマルテンサイト→焼戻し→SA→焼入れ」の工程で検証する。

2021年3月9日 受付

* 大同特殊鋼株式会社技術開発研究所 (Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

2. 結晶粒の粗大化特性

焼入れ加熱の1030℃において、5Cr系熱間ダイス鋼の γ 相中には直径0.05～0.3 μm のバナジウムカーバイド（以下、VCという）が分散している。VCは粒界のピン止め粒子として作用し、結晶粒の成長を抑制する。統合型熱力学計算ソフトウェアThermo-Calc（Version 2018b, TCFE.6）で求めたVC量をTable 1に示す。1030℃加熱時のVC量は、鋼VR（0.50 mass%VのSKD61）が0.34 mol%，SKD61は0.90 mol%である。

フェライト（以下、 α という）結晶粒径が50 μm 以下のSA材（以下、細粒SA材という）を1030℃に加熱し、5hの保持後に焼入れた組織をFig. 1に示す。ダイス鋼の適正な焼入れ保持時間は1h以下⁸⁾であるが、結晶粒の粗大化特性を加速的に評価するため保持を5hに延長した。鋼VRでは、150 μm 以上の粗大な旧 γ 結晶粒（図中、矢印）が粒径50 μm 以下の微細粒と混在している。Table 1に示したとおりVCが少ないため、結晶粒の粗大化が進行した。

一方、SKD61は旧 γ 粒径が50 μm 以下の整細粒組織である。5hの長時間保持においても、微細粒の成長が抑制された。1050℃で5h保持した場合も整細粒組織であることが別の実験で判明している。SKD61はVC量が多いため、焼入れの1030℃加熱時に結晶粒が粗大化する可能性は極めて低い。

以上より、SKD61の焼入れ組織に150 μm 以上の粗大な旧 γ 結晶粒が観察された場合、その成因は焼入れ加熱中の粒成長ではないことが示唆される。

Table 1. Amount of VC at 1030℃ estimated by Thermo-Calc.

Steel	VC	mass%V	Note
VR	0.34 mol%	0.50	Steel VR is V-reduced-SKD61
SKD61	0.90 mol%	0.85	

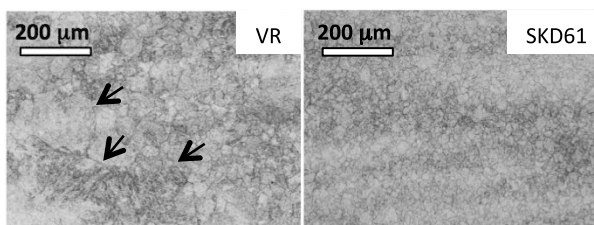


Fig. 1. Difference of grain size by V content related to Table 1. Two steels are quenched after 5 h holding at 1030℃. Arrows on steel VR indicate coarse grains greater than 150 μm . SKD61 shows fully refined structure with grain size below 50 μm .

3. SAの温度と組織変化

3. 1 SKD61の加熱変態点

0.38C-1.0Si-0.4Mn-5.2Cr-1.2Mo-0.85V（いずれも mass%）のSKD61の変態点をFig. 2に示す。加熱速度は200℃/hである。 γ 相が生成し始めるAc1点は829～847℃（平均836℃）、 α 相が消失するAc3点は874～910℃（平均894℃）である。以上より、SA温度は860℃と900℃の2水準とした。Ac1点とAc3点の中間付近の860℃では、 γ 相とほぼ同量の α 相が存在する。Ac3点直上の900℃では α 相が皆無である。

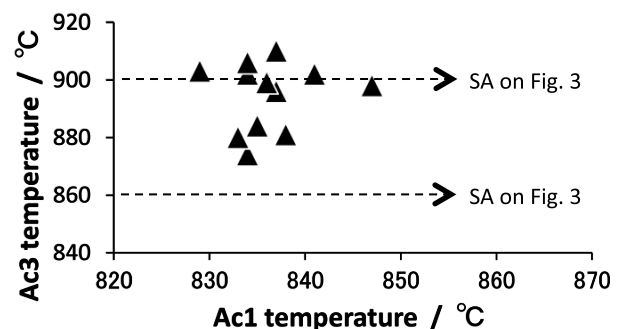


Fig. 2. Transformation temperature of SKD61. Average temperatures are 836℃ and 894℃ for Ac1 temperature and Ac3 temperature, respectively.

3. 2 組織変化と用語の扱い

SKD61の熱間加工後や焼ならし後の組織はベイナイトまたはマルテンサイトであり、パーライトではない。また、SKD61の炭化物が完全に固溶する温度は1150℃を超える。したがって、3. 1節で設定したいずれのSA温度においても、球状の未固溶炭化物が分散している。その状態からの徐冷中、 γ が α に変態すると同時に炭化物が粗大化する。本稿で「SA」と呼ぶ焼鈍においては、このような組織変化が起きている。

一方で、一般的にSAとは、機械構造用鋼の「パーライトを分断して炭化物を球状化させる」焼鈍を指す。上記のとおり、SKD61の焼鈍はパーライトの分断ではないが、本稿では便宜上「 α 変態と同時に球状の未固溶炭化物を粗大化させる」処理をSAと呼ぶ。

4. 実験条件

SKD61の細粒SA材から作製した12mm×12mm×20mmのブロック材に対し、Fig. 3の真空熱処理を行った。1250℃加熱の目的は、工業的な熱間加工材のデッドメタルゾーンで観察される1000 μm 程度の結晶粒を

得ることである。この粗大な γ 組織から変態したマルテンサイトを 680 °C で焼戻し、残留 γ を分解すると同時に炭化物を十分に析出させる。860 °C と 900 °C の SA は最大で 3 回繰り返すが、15 °C/h の徐冷を 650 °C で終了した際に未変態 γ は残っていない。したがって、SA 前と同様に SA 後にも残留 γ は存在しない。最終的に、ブロック材を 1030 °C における 1 h の保持後に焼入れてマルテンサイト化する。

上記の「焼戻し → SA → 焼入れ」において、各工程後の状態をそれぞれ P, S, H として組織を観察した。腐食にはナイタールを用いた。組織の評価には光学顕微鏡と EBSD (Electron BackScatter Diffraction) を用いた。EBSD では、ピッカースの圧痕で観察領域をマーキングし、状態 P, S, H で同一部位を追跡した。

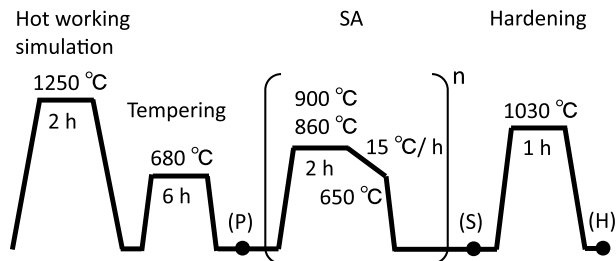


Fig. 3. Heat pattern of small specimens in vacuum furnace. Heating is set at 1250 °C to attain a coarse grain. The number “n” is 1 or 3 for SA. The microstructure is observed at condition (P), (S) and (H).

5. 実験結果および考察

5. 1 光学顕微鏡と目視での観察

SA が 860 °C (Ac1 点と Ac3 点の中間付近) であった場合の組織変化を Fig. 4 に示す。いずれの写真も、視野の中央付近に旧 γ 粒界の 3 重点がある。状態 P (焼戻し材) の粗大な組織は、860 °C の SA を 3 回繰り返した状態 S でも全く細粒化しておらず、針状組織が元の状態のまま残存している。さらに、1030 °C 焼入れ後の状態 H でも結晶粒は非常に粗大である。3 回の SA 後に焼入れた水準では 20 μm 以下の微細粒が散在するものの、旧 γ 粒径は SA 前と同等である。

SA が Ac3 点直上の 900 °C であった場合を Fig. 5 に示す。SA が 860 °C の Fig. 4 とは組織変化が明確に異なる。SA 前の粗大な針状組織は SA と焼入れによって等軸化かつ細粒化してゆく。焼入れ後の状態 H は SA が 1 回の場合には混粒であるが、SA を 3 回繰り返すと粒径 50 μm 以下の整細粒組織に近づく。この変化は、SA 組織の状態と対応する。Fig. 4 と Fig. 5 から、焼入れ時の γ 結晶粒を微細化するには SA 組織の細粒化が必須と言える。

Fig. 6 は状態 H を目視で観察した様子である。SA が 860 °C の (a) と (b) では、約 1000 μm の粗大な旧 γ 結晶粒を識別できる。一方、SA が 900 °C の場合は細粒化が促進された。この傾向は SA を 3 回繰り返した (d) において顕著である。しかし、(d) にも 500 ~ 1000 μm の粗

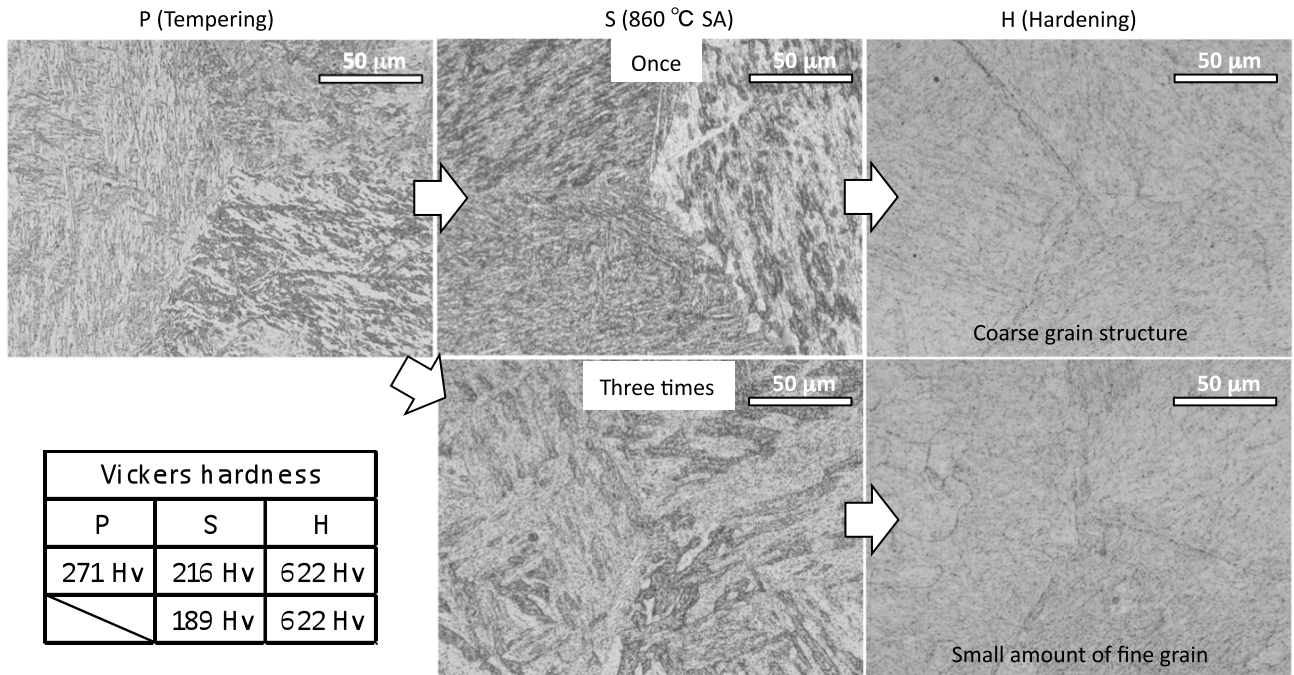


Fig. 4. Microstructure change during the process shown in Fig. 3. SA temperature of 860 °C is between Ac1 temperature and Ac3 temperature. In “H” almost the same coarse grain to “P” is observed even through three times of SA.

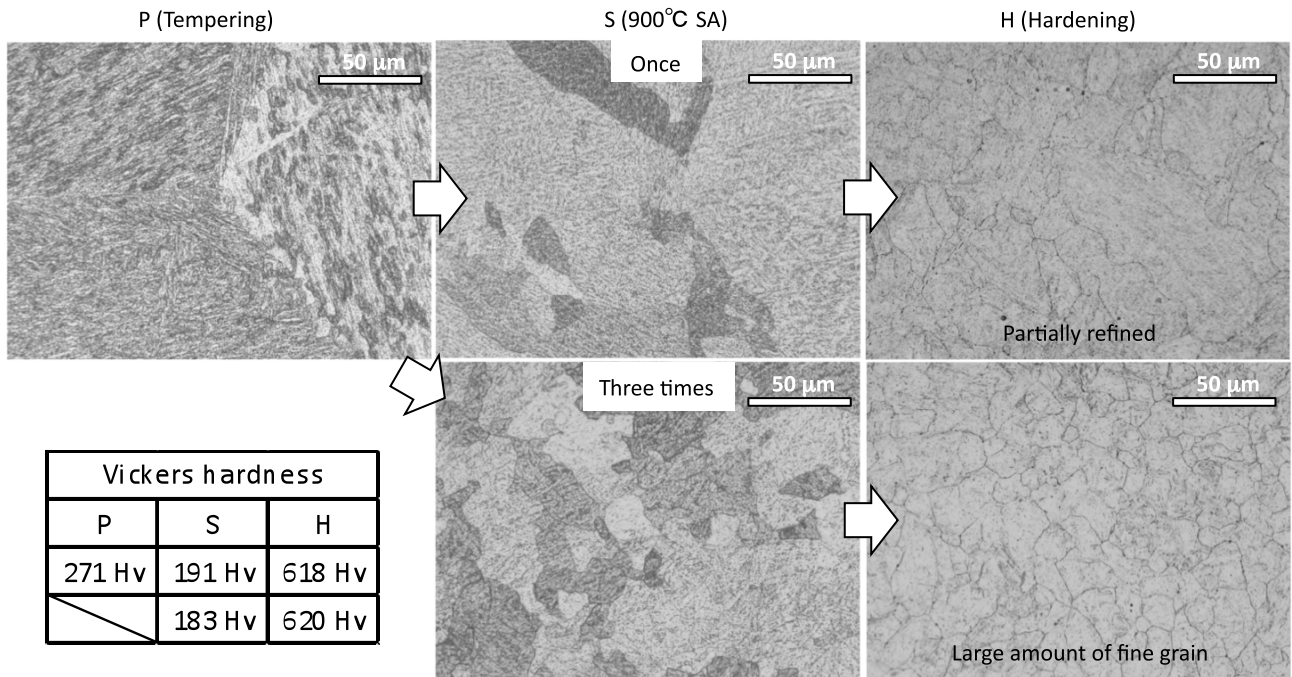


Fig. 5. Microstructure change during process shown in Fig. 3. SA temperature of 900 °C is just beyond the Ac3 temperature. A needle-like structure is not given after SA, and grain refinement is accelerated by repetition of SA.

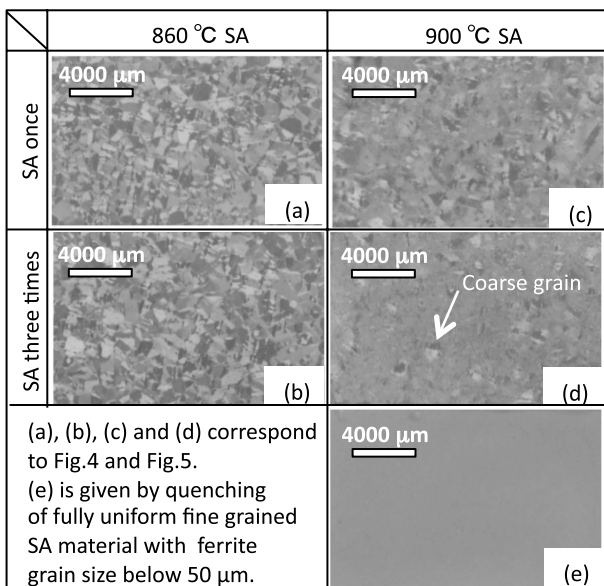


Fig. 6. Macro view of condition H. It can be seen that coarse grain remains, despite three times of SA.

大粒が残存しており、旧γ結晶粒の粗大な組織の整細粒化は非常に難しいことが分かる。均一に腐食された(e)は細粒SA材を焼入れた水準であり、旧γ結晶粒が50μm以下の理想的な状態である。すなわち、(e)はFig.1のSKD61と同等の整細粒組織である。

5. 2 EBSDによる解析

熱処理にともなう結晶方位の変化を Fig. 7 ~ Fig. 9 に示す。状態 P, S, H で同一部位を追跡した。Fig. 7 は 860 °C の SA を 3 回繰り返した場合である。状態 P (焼戻し材) と状態 S (3 回 SA 後) は違いを見出すことが困難なほど酷似しており、両者の旧γ粒界の位置と結晶方位の分布は同じである。860 °C 加熱時は、未固溶炭化物の分散したγと焼戻しマルテンサイトの混合組織となるが、γ化していた領域を SA 後に判別できない。

3 回 SA 後に焼入れた状態 H でも、旧γ粒界の位置は状態 P (焼戻し材) と同じである。3 回の SA と焼入れの合計 4 回の熱処理 (> Ac1 点) を経ても、ほとんど細粒化していない。

Fig. 7 から分かるとおり、Ac3 点より約 30 °C 低い 860 °C で SA した場合はγメモリー効果が発現した。なお、焼入れ材に散在する 20 μm 程度の微細粒部は、SA 時にγ化していた領域と考えられる。

Fig. 8 は 900 °C の SA が 1 回の場合である。状態 P と状態 S で旧γ粒界の位置は同じであるが、Fig. 7 とは異なり、結晶方位には SA による多少の変化が認められる。焼入れ後では、Fig. 7 の状態 H よりも多くの微細粒が分散している。しかし、微細粒よりも粗大粒 (≥ 150 μm) の占める面積の方が広く、細粒化が十分とは言えない。また、SA 前の旧γ粒界を依然として特定できる。

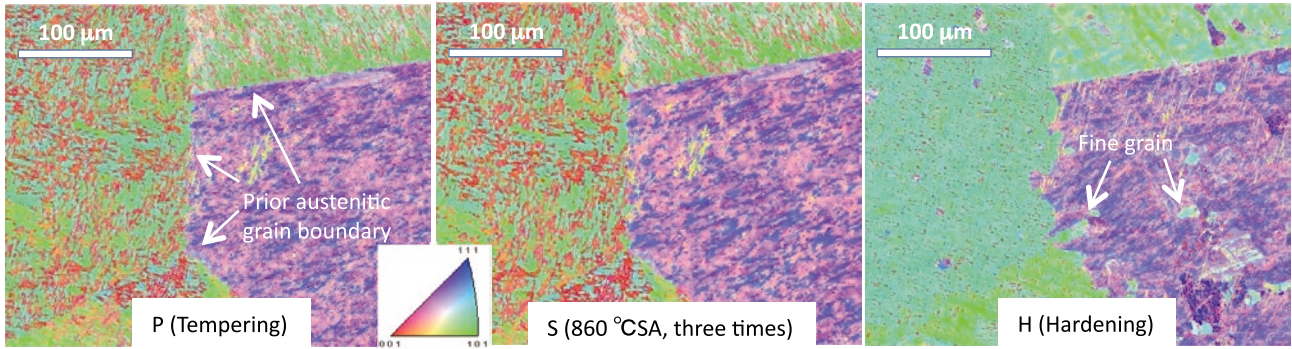


Fig. 7. [001] IPF map of condition P, S and H related to Fig. 3 and Fig. 4. 860 °C SA is repeated three times then hardened after 1030 °C heating. The same area is tracked and observed during process.

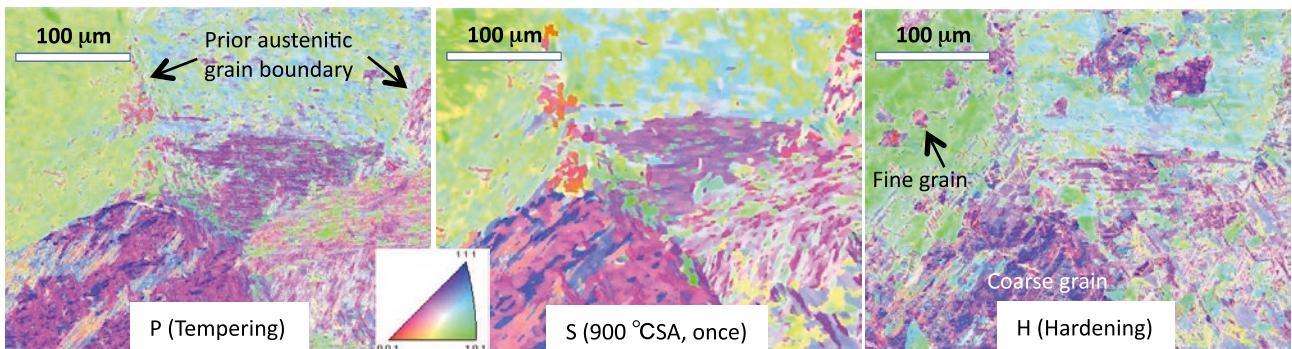


Fig. 8. [001] IPF map of condition P, S and H related to Fig. 3 and Fig. 5. 900 °C SA is once done then hardened after 1030 °C heating. The same area is tracked and observed during process.

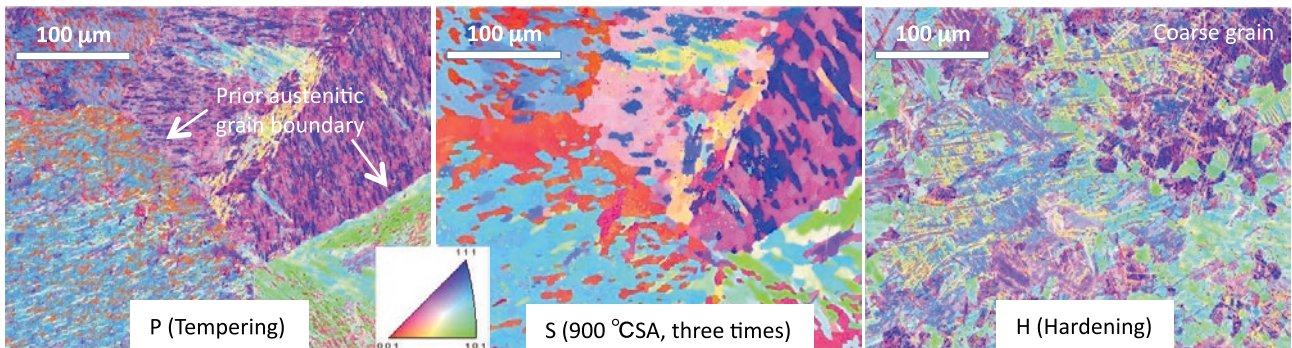


Fig. 9. [001] IPF map of condition P, S and H related to Fig. 3 and Fig. 5. SA at 900 °C is repeated three times then the steel is hardened after 1030 °C heating. The same area is tracked and observed during the process.

Fig. 9 は 900 °C の SA が 3 回の場合である。状態 S の旧 γ 粒界の位置は、依然として状態 P と同じである。ただし、組織は SA によって大きく変化し、焼戻し材の方位を引き継ぎながら等軸化が促進された。この結果は Fig. 5 と対応する。焼入れ材は、SA が 1 回である Fig. 8 の状態 H よりもさらに細粒化した。SA 前の旧 γ 粒界を特定することは、もはや難しい。この結果は、SA が同じく 3 回の Fig. 7 の状態 H と対照的である。Ac3 点直上の 900 °C で SA を繰り返すことによって、細粒化が促進された。その一方で 150 μm 以上の粗大粒も存在しており (Fig. 6(d) 参照)、整細粒化は未達である。

6. 整細粒化方案の検討

Fig. 1 と Fig. 6 ~ Fig. 9 より、SKD61 の焼入れ組織に 150 μm 以上の旧 γ 結晶粒が観察された場合、その粗大粒は SA 材が細粒組織でなかったために発生した、との判断が妥当であろう。

SA が 900 °C だった場合にも、焼入れ材に粗大粒が存在した (Fig. 8, Fig. 9)。この原因は 2 つ考えられる。1 つ目は、メモリー効果の回避が不十分なケースである。900 °C は Ac3 点直上を狙った加熱であるが、実際には Ac3 点未満だった (Fig. 2) 可能性がある。考えられる

原因の2つ目は、狙いどおり Ac_3 点 < 900°C だったが、SA 材の粒界面積が小さい（結晶粒が著しく粗大な）ことである。メモリー効果は発現しないが、焼入れ加熱時に α 粒界で生成する少数の微細な γ 粒では粗大粒の内部を蚕食しきれなかったケースである。

以上より、 Ac_3 点を超える SA で微細化された α 組織であれば、焼入れ時に整細粒化すると考えられる。この仮説を検証するため、 Ac_3 点が $845 \sim 875^\circ\text{C}$ の 5Cr 系熱間ダイス鋼を 900°C で SA し焼入れた場合の組織変化を調査した。結果を Fig. 10 に示す。結晶粒が粗大な焼戻し材に対する SA の回数を変えて α 粒径を調整し、 1030°C における 1 h の加熱後に焼入れた。ピッカースの圧痕で観察領域をマーキングし、焼入れの前で同一視野を追跡している。結晶粒の粗大な SA 材の焼入れ後には、 $150 \mu\text{m}$ 以上の粗大な旧 γ 結晶粒が存在する。一方、結晶粒の微細な SA 材は、焼入れ時にも整細粒組織になることが確認できた。

Ac_3 点を超える SA の繰返しが α 組織の整細粒化に有効な理由は、 γ メモリー効果が回避されることに加え、変態サイトである粒界の面積が徐々に増加してゆく（細粒化してゆく）ためと考えられる。

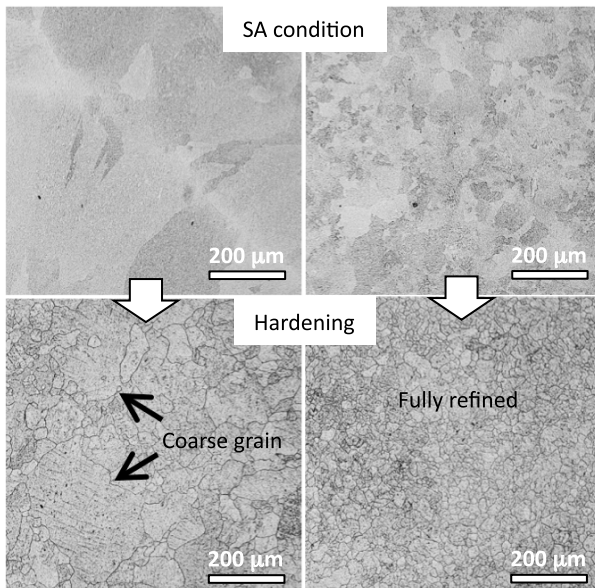


Fig. 10. Microstructure comparison of SA condition and after hardening. Difference of repetitions of SA beyond Ac_3 temperature gave different grain size. These two SA materials of the same 5%Cr die steel are hardened after 1030°C heating. The same area is tracked and observed during the process.

7. 結 言

SKD61 を対象とし、焼入れ時の γ 粒径におよぼす SA 条件の影響を検証した。工程は「旧 γ 結晶粒の粗大なマルテンサイト→焼戻し→SA → 1030°C 焼入れ」である。SA の加熱温度は 860°C (Ac_1 点と Ac_3 点の中間付近) と 900°C (Ac_3 点直上) の 2 水準である。得られた知見を以下に示す。

1. 860°C の SA を 3 回繰り返しても、焼入れ材の旧 γ 粒界の位置は焼戻し材と同じである。3 回の SA と焼入れの合計 4 回の熱処理を経ても、ほとんど細粒化しない。 Ac_3 点より約 30°C 低温の SA では、 γ メモリー効果が発現することが分かった。
2. 900°C の SA を 3 回繰り返すと、焼入れ時の細粒化が促進され、焼戻し材の粒界を特定することが困難になる。 Ac_3 点以上の SA およびその繰返しは、 γ メモリー効果の回避と細粒化に有効である。
3. 結晶粒の粗大な SA 材は、 γ メモリー効果が発現しなくても整細粒化しにくい。焼入れ時の γ 結晶粒を微細化するには SA 組織の整細粒化が必須である。

(文 献)

- 1) 吉田潤二, 今井克哉, 林田敬一, 山下広: 2004 日本ダイカスト会議論文集, (2004), 13.
- 2) 河野正道, 並木邦夫, 瓜田龍実, 越川典弘, 柳沢民樹: 素形材, 54(2013), 12, 30.
- 3) 島村裕太, 館幸生, 中間一夫: 山陽特殊製鋼技報, 23(2016), 1, 68.
- 4) 日立金属(株): 日立金属技報, 35(2019), 45.
- 5) 原卓也, 丸山直紀, 朝日均, 小関俊彦, 重里元一, 杉山昌章: CAMP-ISIJ, 17(2004), 1268.
- 6) 重里元一, 杉山昌章, 原卓也, 朝日均: CAMP-ISIJ, 17(2004), 1269.
- 7) 東司, 田中泰彦, 石黒徹: 鉄と鋼, 76(1990), 5, 783.
- 8) 古田明仁, 辻井信博: 山陽特殊製鋼技報, 5(1998), 1, 60.



河野正道