

## 技術資料

## Technical Data

# SKD61 の焼入れにおける高温域の冷却速度が炭化物分布と破壊挙動におよぼす影響

河野正道\*<sup>1</sup>, 渡辺憲一\*<sup>2</sup>

## Influence of Cooling Rate at High-Temperature Region of Quenched SKD61 on Carbide Distribution and Fracture Behavior

Masamichi KAWANO and Kenichi WATANABE

### Synopsis

The carbide precipitation temperature  $T_{CP}$  of SKD61 was related to cooling rate  $X$ . After heating to 1030 °C, workpieces were cooled to temperature  $T_F$  at rate  $X$ , then immediately quenched to room temperature in order to attain a fully martensitic structure.  $T_F$  was set above pearlite transformation temperature.  $T_{CP}$  was derived from hardness change due to  $X$ . Given  $T_{CP}$  is approximately 910 °C, 1005 °C and 1015 °C with  $X$  of 30 °C/min, 10 °C/min and 1 °C/min respectively. Even in the case in which  $X$  equals 1 °C/min, no carbon was detected through FE-EPMA at the prior austenitic grain boundary. On the other hand, many coarse carbides were observed under the condition of smaller  $X$ . It is assumed that insoluble carbides grow during cooling at the high-temperature region.

After tempering to the same hardness, fracture behavior with a different  $X$  was investigated. Charpy impact value and time to failure of water corrosion under the tensile stress was evaluated. No marked differences could be seen between the case in which  $X$  equals 3 °C/min and 30 °C/min on impact value, time to failure under the corrosion and fracture surface. It is concluded that smaller  $X$  is harmless in the limited condition of no pearlite phase, same quenching rate at lower temperature region and tempered to same hardness.

## 1. 緒言

SKD61 の 500 ~ 2000 kg の大きなダイカスト金型は、熱疲労亀裂の溶接補修を 2000 ~ 5000 ショットごとに受けながら、100000 ~ 200000 ショットのあらかじめ設定されたショット数を鑄造して計画寿命となる。更新型の発注も計画的におこなわれる。このような生産形態においては、発生時期の予測と溶接補修による延命が共に困難な「水冷孔から金型表面への亀裂貫通（以下、水冷孔割れという）」の回避が必須である。

大きなダイカスト金型では「焼入れ変形」の軽減も重要な課題である。背景には、焼入れ変形を見込んだ 0.5 ~ 2 mm の加工シロを仕上げ工数削減のため小さくしたいニーズがある。このため、ダイカスト金型の焼入れにおいては高温域を緩冷する方案（以下、高温域緩冷という）が志向されるようになってきた。高温域緩冷では、断面内温度差の縮小によって熱応力が低下する結果、金型の焼入れ変形が著しく軽減される。

一方、高温域緩冷では、焼入れ中に析出した粒界炭化物<sup>1)~3)</sup>による水冷孔割れの顕在化が懸念される。焼入

2017年2月10日 受付

\* 1 大同特殊鋼(株)技術開発研究所 (Corporate Research &amp; Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

\* 2 大同 DMソリューション(株)生産本部 (Production Division, Daido Die &amp; Mold Steel Solutions Co., Ltd.)

れ変形の軽減を目的とした高温域緩冷の検討においては、炭化物析出と水冷孔割れにおよぼす焼入れ速度の影響を把握しておく必要がある。しかし、炭化物の析出条件<sup>1), 2), 4), 5)</sup>には統一的な見解がまだ無く、水冷孔に近い環境での破壊挙動におよぼす高温域緩冷の影響も未評価である。

以上の経緯をもとに、本報ではSKD61の大きなダイカスト金型を想定し、水冷孔割れの危険性を増すことなく焼入れ変形の軽減が可能か2つのステップで検証する。第1ステップとして、焼入れ速度と炭化物析出温度の関係を明らかにする。第2ステップでは、焼入れ速度を変化させた場合の焼戻し後の破壊挙動を調査する。これらの結果から、焼入れ変形の軽減を目的とした高温域緩冷の有効性を考察する。

## 2. 実験方法

### 2. 1 供試材

Table 1に示す成分のSKD61を用いた。素材は球状化焼鈍によって88HRBに軟質化しており、直径0.25  $\mu\text{m}$ 程度の炭化物が約6%の面積率で均一分散している。粗大な粒界炭化物は皆無である。

焼鈍材の粒界炭化物<sup>6)</sup>は、一部が焼入れの加熱時にも残存して焼入れ後に引き継がれ、焼入れ中に粒界析出したとの誤解を生みやすい。このような誤認を避けるため、粒界炭化物が存在しない焼鈍材を用いた。

Table 1. Chemical composition (mass%).

| Steel | C    | Si   | Mn   | Cr   | Mo   | V    |
|-------|------|------|------|------|------|------|
| SKD61 | 0.38 | 1.00 | 0.47 | 5.19 | 1.20 | 0.87 |

### 2. 2 試験方法

#### (a) 炭化物の析出開始温度

SKD61の1030  $^{\circ}\text{C}$ 焼入れでは、およそ800  $^{\circ}\text{C}$ までの冷却中に粒界炭化物が析出<sup>1)~3)</sup>し、更に冷却するとパーライトが800~600  $^{\circ}\text{C}$ で析出する。そこで、炭化物の析出挙動のみを評価するため、焼鈍材から作製した12 mm  $\times$  12 mm  $\times$  20 mmの試験片にFig. 1の履歴を与える。すなわち、1030  $^{\circ}\text{C}$ から温度 $T_F$  ( $\geq 800$   $^{\circ}\text{C}$ )までを $X = 1 \sim 100$   $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ で冷却し、 $T_F$ からは100  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ の急冷でパーライト変態を回避してマルテンサイト化する。1030  $^{\circ}\text{C}$ から4 Barのガス圧で超急冷 ( $X = 320$   $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ )する水準も設けた。これらの試験片の硬さ低下によって、オーステナイト (以下、 $\gamma$ という) からC排出が始

まる温度、つまり炭化物の析出開始点を推定する。

また、 $\gamma$ からCが排出されたことをMs点上昇の観点からも確認するため、 $\phi 4$  mm  $\times$  10 mmの試験片に $T_F = 800$   $^{\circ}\text{C}$ としたFig. 1の履歴を与え、100  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ の冷却中に試験片が変態膨張する温度を評価する。

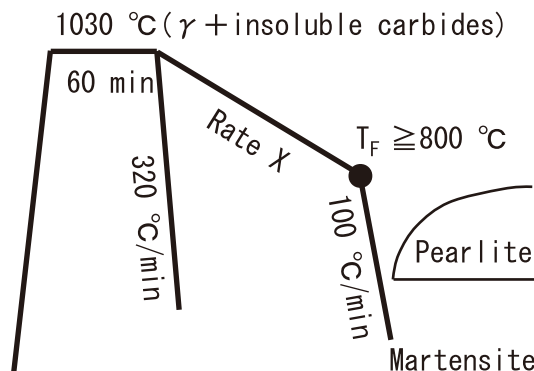


Fig. 1. A schematic of controlled quenching process for small specimens.

#### (b) 焼戻し材の破壊挙動

焼鈍材から作製した11 mm  $\times$  11 mm  $\times$  195 mmの角棒に、 $T_F = 800$   $^{\circ}\text{C}$ としたFig. 1の焼入れ履歴を与える。焼入れ後は、580~610  $^{\circ}\text{C}$ における複数回の焼戻しによって硬さを調整する。この角棒から、Uノッチ衝撃試験片と、腐食環境下での破壊挙動を調査する試験片 ( $\phi 6$  mm  $\times$  40 mm, 長手中央に深さ1 mmのVノッチ, ノッチ底半径0.1 mm)を作成する。

衝撃試験は室温でおこない、旧JISに規定されていた「吸収エネルギーを断面積で除した値」を工業的慣例に倣って衝撃値として用いる。水冷孔割れを模擬した腐食環境下における破壊試験では、ノッチ付き円柱状試験片を室温で片持ち梁式に固定し、自由端側に荷重を与えて撓ませる。このようにして引張応力を作用させたノッチ部に工業用水を滴下し、破壊時間を評価する。

## 3. 結果および考察

### 3. 1 $\gamma$ からのC排出

焼入れ温度1030  $^{\circ}\text{C}$ において、SKD61は $\gamma$ と炭化バナジウム (以下、VCという)の混合組織である。 $\gamma$ 粒径は10~20  $\mu\text{m}$ 、均一分散する未固溶VCは直径0.05~0.20  $\mu\text{m}$ で面積率は約1.3%である。この状態から焼入れの冷却が始まると $\gamma$ はCを排出し、排出されたCは炭化物として消費される。

$T_F$ と硬さの相関をFig. 2に示す。 $\gamma$ からCが排出され

ると、マルテンサイト中のCが減少するため硬さは低下する<sup>7)</sup>。1030℃から100℃/min以上で冷却すると55.4～55.7 HRCになり、急冷のためγはCを排出できなかったと考えられる。そこで「55.4 HRC未満の水準は $T_F$ までの冷却中にCが排出された」と扱う。

$X = 30\text{ }^\circ\text{C/min}$ では、 $T_F = 940\text{ }^\circ\text{C}$ の55.4 HRCと $T_F = 880\text{ }^\circ\text{C}$ の55.1 HRCから、γからCの排出が始まる温度 $T_{CP}$ は900～920℃と推測される。 $X = 3\sim 10\text{ }^\circ\text{C/min}$ の場合は、 $T_F = 1020\text{ }^\circ\text{C}$ の55.6 HRCと $T_F = 1000\text{ }^\circ\text{C}$ の55.1 HRCから、 $T_{CP} = 1005\sim 1010\text{ }^\circ\text{C}$ と考えられる。 $X = 1\text{ }^\circ\text{C/min}$ では、 $T_F = 1020\text{ }^\circ\text{C}$ の55.5 HRCと $T_F = 1010\text{ }^\circ\text{C}$ の54.6 HRCから、 $T_{CP} \approx 1015\text{ }^\circ\text{C}$ となる。 $X \leq 10\text{ }^\circ\text{C/min}$ では、焼入れ開始から20～30℃低下した時点でγからのC排出は既に始まっていることがわかった。

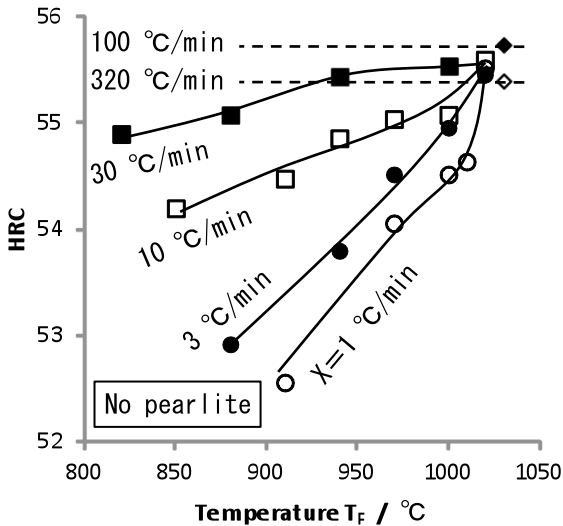


Fig. 2. The influence of  $T_F$  and  $X$  on as-quenched hardness. Difference of hardness is derived from carbon content of martensite.

Fig. 3は、CCT (Continuous Cooling Transformation) 線図<sup>1), 2), 4), 5)</sup>の粒界炭化物析出線とFig. 2で判定した $T_{CP}$ の比較である。出典によって、析出開始温度には最大で200℃程度の差、析出を回避できる下限の冷速には約1000倍もの差が認められる。ここで、 $T_{CP}$ を炭化物の析出開始点と仮定すれば、その温度は従来の知見より70～220℃高い。

本報の検討に先立ち、CCT特性の調査における寸法変化や、DSC (Differential Scanning Calorimetry) を用いた熱量変化からの $T_{CP}$ の同定も試みている。その結果、これらの手法では冷却線に明確な変化が認められず、 $T_{CP}$ の推定は困難であった。一例として、CCT特性の調査における $X = 10\text{ }^\circ\text{C/min}$ の場合をFig. 4に示す。Fig. 2の $T_{CP}$ に相当する1005～1010℃で、Cの排出を示唆

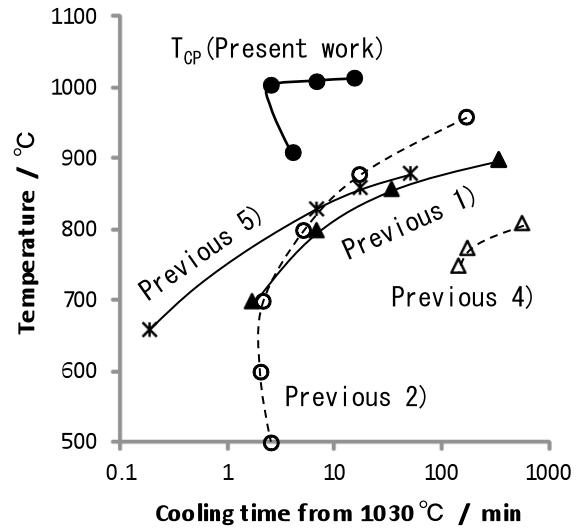


Fig. 3. The comparison of  $T_{CP}$  given in present work and carbide precipitation temperature shown in previous paper<sup>1), 2), 4), 5)</sup>.

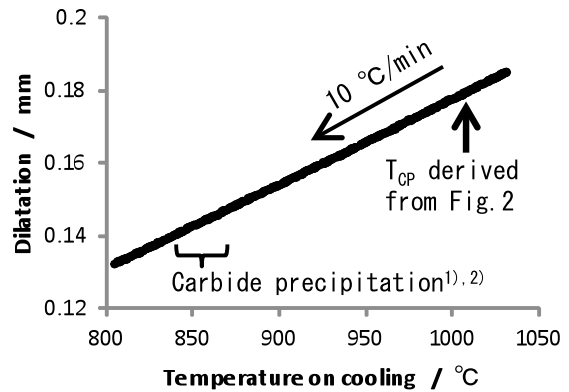


Fig. 4. Dimension change on CCT behavior with cooling rate of  $10\text{ }^\circ\text{C/min}$ . The flection point due to microstructural change could not be seen.

する変化は認められない。10℃/minにおいて炭化物が粒界析出するとされる840～870℃<sup>1), 2)</sup>についても同様である。従来の報告<sup>1), 2), 4)</sup>においては、析出開始点の判定方法や粒界析出のエビデンスは示されていない。

### 3. 2 組織と炭化物形態

高温域緩冷によって、γはCを排出することがFig. 2から明らかとなった。以下では、排出されたCが炭化物としてどのように消費されるのか考察する。

焼入れままと焼戻し後の組織をFig. 5に示す。 $T_F$ は800℃で、焼戻しは585℃×2 Hr + 580℃×2 Hrである。焼入れままでは、1030℃加熱時の未固溶VCが均一に分散する様子が確認される。また、いずれの $X$ においてもパーライトは存在しない。

Fig. 6は焼戻し材の元素分布をFE-EPMA (Field Emission-Electron Probe Micro Analyzer) で評価した結果である。図には示していないが、クロムの分布は均一であった。したがって、分散する球状の粒子はVCと判断される。焼戻しで析出する非常に微細な2次炭化物は、この倍率では観察できない。また、1030℃加熱時の未固溶VCの粗大化も焼戻しでは起こりにくい。以上より、VCの形態差は $T_F = 800$ ℃までの冷却中に起因すると考えられる。X = 1℃/minはX = 100℃/minより粗大なVCが多い。また、実際の金型の焼入れではあり得ないX = 1℃/minという遅い冷却においても、矢印で示した旧 $\gamma$ 粒界でCは検出されず、粗大な粒界炭化物は存在しないことが判明した。

焼入れ中に $\gamma$ から排出されたCは、炭化物として粒界に優先的に析出<sup>1)~3)</sup>するのではなく、未固溶VCの粗大化に主に消費される。また、「析出」という用語を慣例に倣い用いてきたが、粒界以外での析出があったかどうかは本報の実験だけでは判定できない。

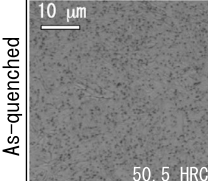
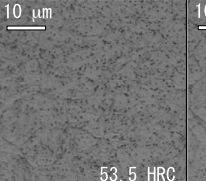
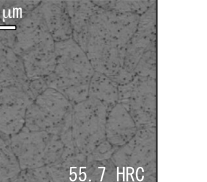
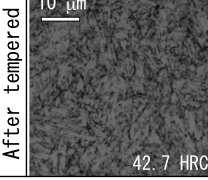
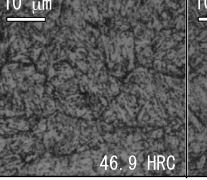
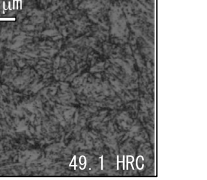
|                | X=1℃/min  | X=10℃/min   | X=100℃/min  |
|----------------|---|---|---|
| As-quenched    | <br>50.5 HRC  | <br>53.5 HRC  | <br>55.7 HRC  |
| After tempered | <br>42.7 HRC | <br>46.9 HRC | <br>49.1 HRC |

Fig. 5. The influence of X on microstructure. Specimens were cooled from 1030℃ to 800℃ at rate X then quenched by 100℃/min. Tempering condition is 585℃x120min+580℃x120min.

### 3. 3 Ms点

1030℃から800℃までを速度Xで冷却し、800℃から100℃/minで急冷した場合のMs点をFig. 7に示す。Ms点は、100℃/min  $\leq$  Xにおける280℃程度に対し、X = 1℃/minでは約65℃上昇した。Fig. 6とFig. 7から、焼入れ中の高温域におけるC排出によって、未固溶VCが粗大化しMs点は上昇することが判明した。

### 3. 4 焼戻し材の破壊挙動

表面よりも焼入れ速度が小さい金型内部は、 $\gamma$ からのC排出による炭化物形態の変化が起こりやすい。この結

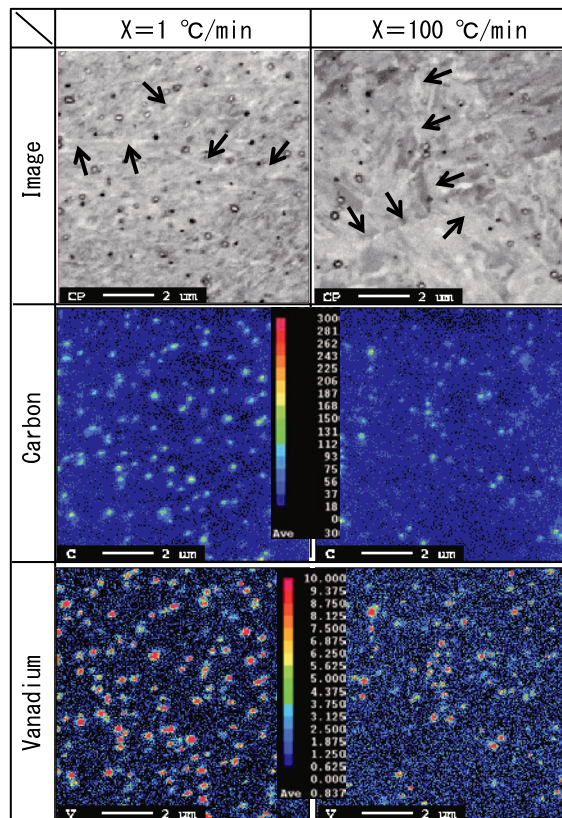


Fig. 6. Carbide distribution after tempering. Specimens are the same as in Fig. 5. The arrows indicate prior austenitic grain boundary.

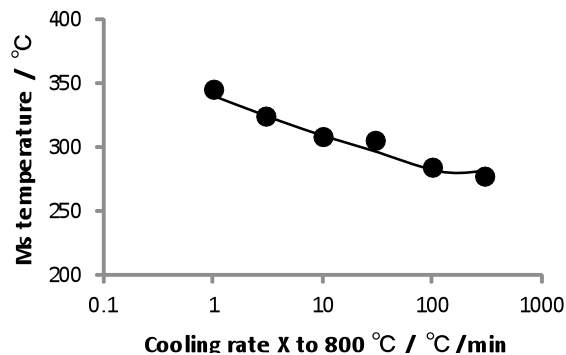


Fig. 7. The influence of X on martensitic transformation temperature. Specimens were quenched from 800℃ by 100℃/min.

果、韌性低下や水冷孔割れの顕在化が懸念される。そこで、緩冷あるいは急冷された大きな金型内部に相当するX = 3 ~ 30℃/minの破壊挙動を比較する。

Fig. 8に示す通り、 $T_F = 800$ ℃である場合の硬さはXによって異なるため、所定硬さへの焼戻し条件をXに応じて調整した。42.4 ± 0.4 HRCに焼戻した素材の衝撃値と破面をそれぞれFig. 9およびFig. 10に示す。衝撃破壊特性におよぼすXの影響はほとんど認められな

い、衝撃値は  $50 \text{ J/cm}^2$  を超え、金型の割れを回避できる目安の  $20 \text{ J/cm}^2$  以上<sup>8)</sup> を十分に満たす。破面は非常に微細で、粒界破壊の様相は呈していない。Fig. 5 から予想される通り、組織も X によらず同等であった。

$45.1 \pm 0.3 \text{ HRC}$  に焼戻した素材の、工業用水が流れる環境下で引張応力が作用した場合の破壊時間を Fig. 11 に示す。負荷軽減で長寿命化するが、X は破断時間にほとんど影響しない。

負荷  $56.5 \text{ N}$  で最も早期に破断した試験片の破面を Fig. 12 および Fig. 13 に示す。亀裂の起点付近は粒界破壊の傾向であるが、伝播部では粒界が不明瞭である。また、X による顕著な差は認められない。Fig. 14 は、試験片破面を垂直に切断して亀裂の経路を観察した様子である。破面は粒界破壊と粒内破壊の混合状態であり、X による差異は不明瞭であった。亀裂の伝播経路が必ずしも旧  $\gamma$  粒界とは限らないという結果は、ダイカスト金型の水冷孔割れとも一致する。

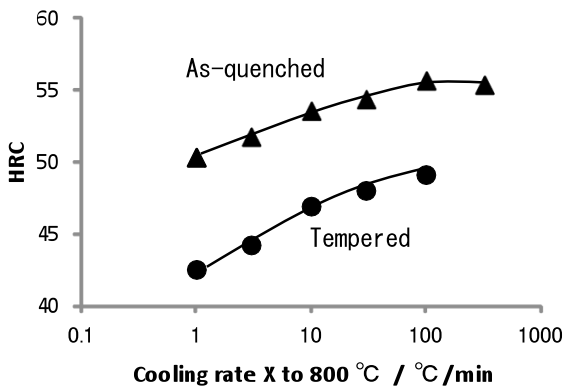


Fig. 8. The influence of X on hardness. Specimens are quenched from  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  by  $100 \text{ }^\circ\text{C/min}$ . Tempering condition is  $585 \text{ }^\circ\text{C} \times 120 \text{ min} + 580 \text{ }^\circ\text{C} \times 120 \text{ min}$ .

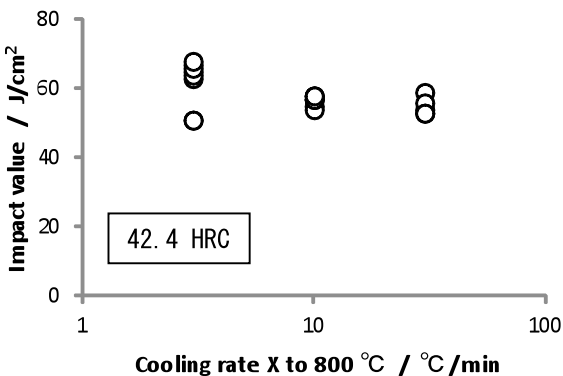


Fig. 9. The influence of X on impact value at room temperature. Specimens are quenched from  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  at  $100 \text{ }^\circ\text{C/min}$  then tempered to  $42.4 \text{ HRC}$ .

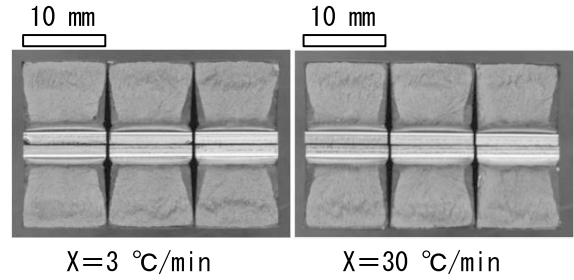


Fig. 10. Appearance of fracture surface on impact test. As shown in Fig. 9 impact value given is approximately  $55 \text{ J/cm}^2$ .

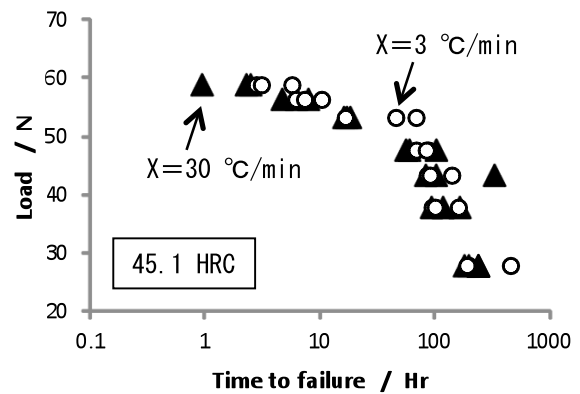


Fig. 11. Fracture behavior under the condition of water corrosion with tensile stress. Specimens were cooled to  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  at rate X and quenched.

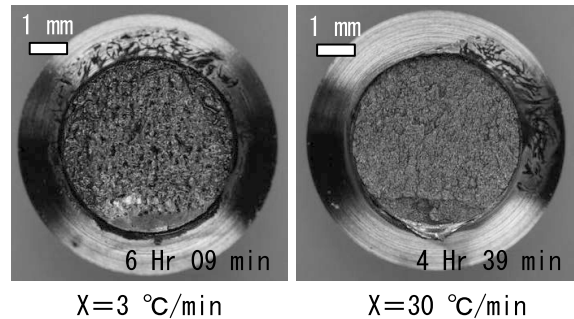


Fig. 12. Appearance of fracture surface on the test of water corrosion with tensile stress. Load to specimen is  $56.5 \text{ N}$ .

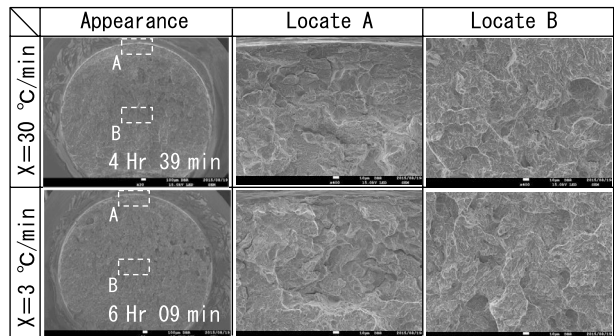


Fig. 13. Fractography of specimens shown in Fig. 12.

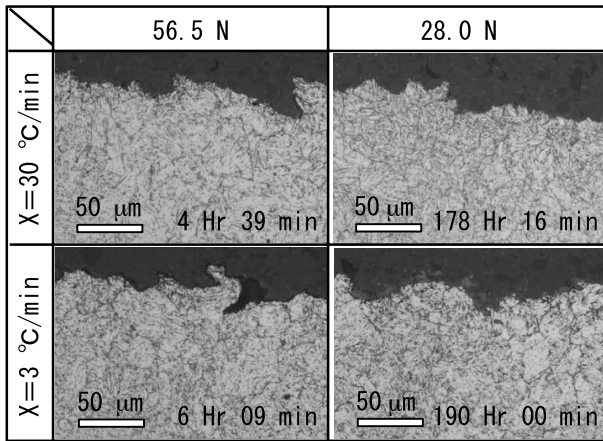


Fig. 14. Vertical section of fracture surface.

### 3. 5 高温域緩冷の有効性

破壊挙動の調査では、高温域の焼入れ速度  $X = 3 \sim 30 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  を対象とした。  $3 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  は放冷された 2000 kg の金型内部に相当し、緩冷方案を適用した場合の最小値と見なせる。一方、  $30 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  は油冷された 500 kg の金型内部に相当し、急冷方案における高温域冷速の最大値と見なせる。すなわち、大きなダイカスト金型の焼入れでは、  $X = 3 \sim 30 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  に収まると見て良い。

Fig. 7 と Fig. 8 が示す通り、排出される C の量は  $X = 3 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  と  $X = 30 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  では大きく異なるが、Fig. 9 ~ Fig. 14 において、衝撃破壊特性や水冷孔を模擬した腐食環境下での破壊特性は同等であった。

破壊挙動を調査した実験においては、①パーライト変態が起こらず、②低温域の焼入れ速度が共通で、③同一硬さに焼戻した。したがって、焼入れの高温域を急冷から緩冷に変更しても①~③が満たされる限り、金型内部からの水冷孔割れの危険性が増すことはないと判断される。以上より、大きなダイカスト金型の焼入れにおいては、変形の軽減に有効な高温域緩冷を推奨する。

## 4. 結 言

SKD61 の  $1030 \text{ }^\circ\text{C}$  焼入れにおける高温域の冷却が炭化物形態と焼戻し後の破壊挙動におよぼす影響を調査し、以下の知見を得た。

1.  $1030 \text{ }^\circ\text{C}$  から  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  までの冷却速度  $X$  が小さくなると、 $\gamma$  から C が排出され、 $M_s$  点が上昇しマルテンサイト硬さは低下する。
2. 焼入れ冷却中における  $\gamma$  からの C 排出は、CCT や DSC では判定できなかった。本報では、 $\gamma$  から C の排出が始まる温度  $T_{CP}$  をマルテンサイト硬さの低下に

よって判定した。

3.  $T_{CP}$  は、 $X = 30 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  では  $900 \sim 920 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $X = 3 \sim 10 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  の場合が  $1005 \sim 1010 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $X = 1 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  では約  $1015 \text{ }^\circ\text{C}$  である。 $X \geq 100 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  では、 $\gamma$  からの C 排出はほぼ起こらない。
4.  $X = 100 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  より  $X = 1 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  の方が VC は粗大である。FE-EPMA の調査では、 $X = 1 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  においても旧  $\gamma$  粒界で C は検出されなかった。 $\gamma$  から排出された C は、炭化物として粒界に優先的に析出するのではなく、未固溶 VC の粗大化に主に消費される。
5. パーライト変態が起こらず、低温域の焼入れ速度が共通で、同一硬さに焼戻した場合、衝撃破壊特性や水冷孔を模擬した腐食環境下での破壊特性は  $X = 30 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  と  $3 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  で変わらない。 $30 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  は 500 kg の金型の急冷に、 $3 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  は 2000 kg の金型の緩冷に、それぞれ相当する。
6. 以上より、500 ~ 2000 kg の大きなダイカスト金型を高温域緩冷しても、従来の急速焼入れより型寿命が短くなる危険性は低いと判断される。焼入れにおいては、金型の変形軽減に有効な高温域緩冷を推奨する。

(文 献)

- 1) 西田純一: 素形材, 55(2014), 29.
- 2) 田部博輔: 型技術, 19(2004), 96.
- 3) 横井大円, 清水敬介, 春名靖志: 山陽特殊製鋼技報, 15(2008), 53.
- 4) 日原政彦: ダイカスト用金型の寿命対策, 日刊工業新聞社(2003), 74.
- 5) <http://www.uiengineering.com>, CCT 曲線の例.
- 6) 鋼の熱処理, 日本鉄鋼協会編(1969), 丸善株式会社, 485.
- 7) 牧正志: まてりあ, 54(2015), 557.
- 8) 井上幸一郎, 大藤孝, 市岡雄二, 荒木利彦: 電気製鋼, 76(2005), 287.

本報は、型技術ワークショップ 2015 の講演論文集に掲載された 2 つの資料を集約したものである。



河野正道



渡辺憲一