

冷間工具鋼の力学特性およびその他特性に与える 均質化処理の影響

Effects of Homogenization Treatment on Mechanical and other Properties in Cold Work Tool Steel

三浦 滉大*¹ 舘 幸生*² 澤田 俊之*³

MIURA Kodai, TACHI Yukio, SAWADA Toshiyuki

Synopsis: Cold work tool steels are increasingly required to exhibit higher strength and toughness in response to the growing strength of processed materials. In these steels, coarse primary carbides often act as crack initiation sites, resulting in chipping and premature failure. This study investigates the effects of homogenization treatment on the mechanical and related properties of a modified 8%Cr cold work tool steel, with a particular focus on controlling primary carbide size. Thermodynamic calculations and differential thermal analysis were first carried out to identify a suitable steel grade that allows homogenization without local melting. Specimens subjected to homogenization prior to forging were compared with conventionally processed materials. Microstructural characterization revealed that homogenization significantly reduced microsegregation, refined and spheroidized primary carbides, and decreased the sizes of prior austenite grain and martensitic block. As a result, quenched and tempered hardness increased and hardness variation decreased. Charpy impact tests demonstrated enhanced toughness and an improved strength–toughness balance, which was mainly attributed to the refinement of primary carbides, as confirmed by statistics of extremes analysis. Furthermore, dimensional changes after heat treatment were reduced by more than 30% through homogenization, indicating improved dimensional stability. In contrast, abrasive wear resistance deteriorated due to the reduction in sizes of carbide. These results indicate that homogenization treatment is an effective approach for improving mechanical properties and dimensional stability of cold work tool steels through primary carbide refinement, although an appropriate balance must be achieved depending on the dominant damage mode in practical applications.

Keyword: homogenization treatment; cold work tool steel; microsegregation; mechanical property; primary carbide

1. 緒言

冷間工具鋼は主に 473 K 以下での金属成形の金型として使用される¹⁾。この冷間工具鋼における主な損傷形態は、アブレシブ摩耗、凝着摩耗、欠けあるいはチッピング、そして塑性変形である¹⁾。近年、ハイテンを代表とする被加工材の高強度化²⁾に伴い金型材料への負荷が増加し、早期寿命に至るケースが増えると予測される。例えば、打抜き加工では、刃先の欠けといった損傷を防止するため、マトリックス系(粗大な一次炭化物を低減したタイプ)冷間工具鋼の使用が増えている³⁾。粗大な一次炭化物は破壊の起点となりやすく、欠けを代表とする損傷を抑制する場合、一次炭化物を微細に制御することは重要である。

これまで冷間工具鋼における一次炭化物寸法の制御は主に「鋼種成分」の観点から検証されてきた⁴⁻⁵⁾。一方、プロセスの観点からは、均質化処理¹⁾(またはソーキング⁶⁾)といった熱処理プロセスによる制御が考えられるが、従来は熱間工具鋼において主に実用化されてきた⁶⁾。冷間工具鋼においても均質化処理が鋼材製造工程中に含まれる場合⁷⁾があるが、その効果の検証事例は少なく⁸⁻⁹⁾、均質化処理により力学特性が向上する場合⁸⁾と向上しない場合が報告されている⁹⁾。この効果の違いは、均質化処理中の液相発生の有無に起因すると考えられ、その液相はミクロ偏析に起因する¹⁾と推測される。したがって、鋼種に応じて均質化処理の温度と時間を適切に設定することが重要であると

*1 研究・開発センター 新商品開発室 商品開発2グループ

*2 品質保証部 品質管理室 品質保証グループ

*3 研究・開発センター ゼネラルマネージャー 博士(工学)

考える。

本研究では、「一次炭化物寸法の制御」を目的に熱処理プロセス、特に均質化処理条件と鋼種成分の組合せの観点から検証した。具体的には冷間工具鋼の力学特性に与える均質化処理の影響を検証するため、まず2章にて鋼種選定を実施した。その上で、対象鋼種に対し均質化処理を加え、一次炭化物および力学特性への効果を検証したので報告する。

2. 鋼種選定

検証対象の冷間工具鋼はSKD11（概略成分:Fe-1.4C-11Cr-0.8Mo-0.2V mass%）、8%Cr鋼⁴⁾および8%Cr改良鋼（以降、単に改良鋼と記載）の3鋼種とした。まず均質化処理が有効に作用する鋼種として、「固相線以下で一次炭化物が完全固溶し γ （オーステナイト）単相になる温度域を有する」ことが条件と考えた。この条件を確認するため、熱力学計算ソフトThermo-Calc¹⁰⁾（TCFE10）を用いて炭化物と液相体積率を計算した。Fig. 1に平衡計算結果を示す。いずれの鋼種も温度上昇に伴い炭化物体積率は減少するが、SKD11では γ 単相域が存在しなかった。したがって、均質化処理により凝固過程で晶出した炭化物を固溶させ、効率的に一次炭化物を微細化することは困難と考え、対象から除外した。

次に、実際の鋼材では平衡状態を達成することが困難なため、実質的な固相線を検出する目的として、8%Cr鋼と改良鋼について熱分析（DTA; Differential Thermal Analysis、雰囲気：Ar、昇温速度：20 K/℃）を実施した。Fig. 2にDTA測定結果を示す。低温側に小さな吸熱ピーク、高温側に大きな吸熱ピークが観測された。低温側はミクロ偏析に起因した局所的な溶融による吸熱ピーク、高温側は固相線に相当すると考えられる。これら計算と測定結果（Fig. 1, 2）に基づき、種々の温度で0.9 ks-油冷の熱処理を加え γ 単相かつ液相が発生しない条件を探索した。その結果、Fig. 3に示すように、8%Cr鋼は γ 単相と計算

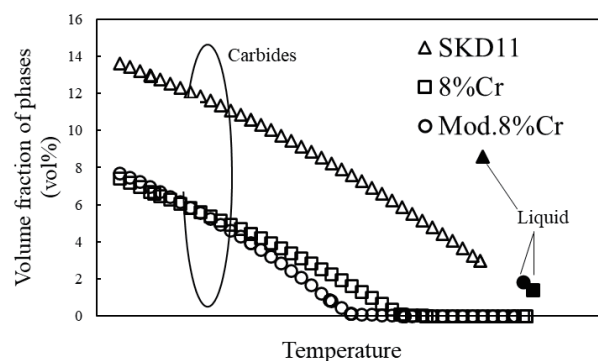


Fig. 1 Variation of volume fraction of carbides as a function of equilibrium temperature in SKD11, 8%Cr and Mod. 8%Cr.

される温度域において液相発生に伴う共晶組織（黒矢印）を確認した。一方、改良鋼は液相発生は無い、あるいは非常に少ない量であった。これらの結果から、均質化処理が改良鋼に対し有効に作用すると判断し、実験鋼種として選定した。

3. 実験方法

3.1 試料作製

Fig. 4に実験フローを示す。出発材料として3t級鋼塊から圧延した $\phi 135$ を2本用意した。片方は断面形状35t $\times$ 80wの角材に鍛造し、870℃の焼なましを加え供試材とした（従来材; Conv. と称す）。もう一方は、2章での検証結果に基づき鍛造前に均質化処理を行ない、鍛造、焼なましを行なった（均質化材; Homo. と称す）。各種測定は、焼なまし材あるいは焼入焼戻材から切り出して供試材とした。焼入条件は、 γ 化温度1303~1323 K-30min-空冷、焼戻条件は673~833 K-1 h-空冷1回または2回とした。

3.2 熱分析および組織観察

DTA測定は、焼なまし材から $\phi 3 \times 1$ mmを切出し、Ar中で昇温速度20 K/minの条件で測定を行なった。EPMA（Electron Probe Micro Analyzer）測定は、焼入焼戻材

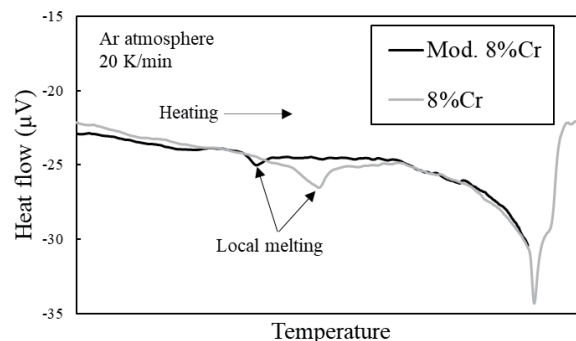


Fig. 2 DTA heat flow curves of Mod. 8%Cr and 8%Cr alloys as a function of temperature.

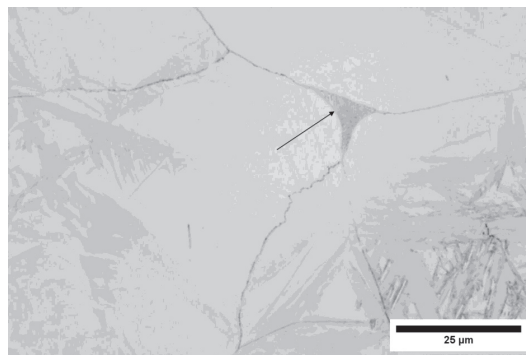


Fig. 3 Optical micrograph showing local melting in 8%Cr.

に対し200×200 μm の領域をステップサイズ1 μm の条件で行なった。一次炭化物観察および結晶粒径評価には、焼入材を用いた。一次炭化物観察はSEM (Scanning Electron Microscope)、結晶粒径評価はピクラル-第二塩化鉄により結晶粒界を現出させ、光学顕微鏡画像から切断法で結晶粒径 (公称粒径) を評価した。EBSD (Electron Backscatter Diffraction) 測定は、200×200 μm の領域を加速電圧20 kV、WDを20-22 mm、ステップサイズ0.1 μm の条件で行なった。なお、上記すべての断面観察方向は鍛造方向に垂直な面とした。

3.3 力学特性

焼入材および焼入焼戻材について、ロックウェル硬さ試験あるいはピッカース硬さ試験を実施した。また、焼入焼戻材 (約64HRC) について、室温でのシャルピー衝撃試験を実施した。試験片寸法は10×10×55 mm、ノッチ形状は10R-C 2mmノッチとした。

3.4 残留オーステナイト測定

X線回折測定の比較法により残留オーステナイト (γ_R) 量を評価した。測定試料は機械研磨で鏡面に仕上げた後、電解研磨により表面の加工変質層を除去した。X線源はCu-K α 線を用いて、計数時間2 s、ステップサイズ0.02°の計数時間法により測定した。解析には α' (マルテンサイト) の面指数{200}, {211}、 γ は{200}, {220}, {310}の合計5つを用いて、それぞれのピーク強度比から求めた体積率を平均化した値を γ_R 量とした。そのため、体積率は炭化物を含まない相の比率である。

3.5 極値統計

均質化処理の効果を一次炭化物寸法の観点から評価するため、極値統計¹¹⁻¹²⁾による一次炭化物評価を行なった。観察面は鍛造方向に垂直な面とした。デジタルマイクロ

スコープを用いて、検査基準面積 $S_0=1.65 \text{ mm}^2$ 、視野数は15とし、視野内の最大面積を占める炭化物を選び、 $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ を求めた。なお、炭化物同士の干渉効果¹¹⁾を考慮して $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ を求めている。

4. 実験結果

4.1 ミクロ偏析

Fig. 5にDTA測定結果を示す。均質化材において低温側の吸熱ピークが消失していることから、ミクロ偏析が低減され局所的な溶融反応が消滅したことを示唆している。

Fig. 6 (a) (b)にEPMAによる炭素マッピングを代表して示す。炭素が高い部分は主に一次炭化物 (M_7C_3 、 M_6C) と考えられる。均質化材において、炭素分布が均一化していることがわかる。また、Fig. 6 (c)にマッピングデータ4万点を用いて平均ランク法で累積頻度確率を求めた結果を示す。炭素量1%以下では累積頻度確率の傾きの差異は小さいが、1.5%以上の傾きが急峻になってお

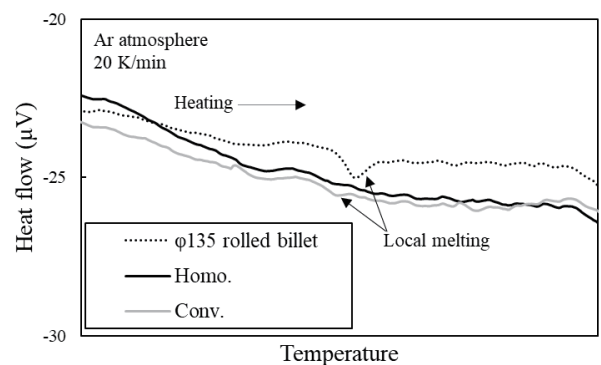


Fig. 5 DTA heat flow curves in $\phi 135$ rolled billet, Conv. and Homo..

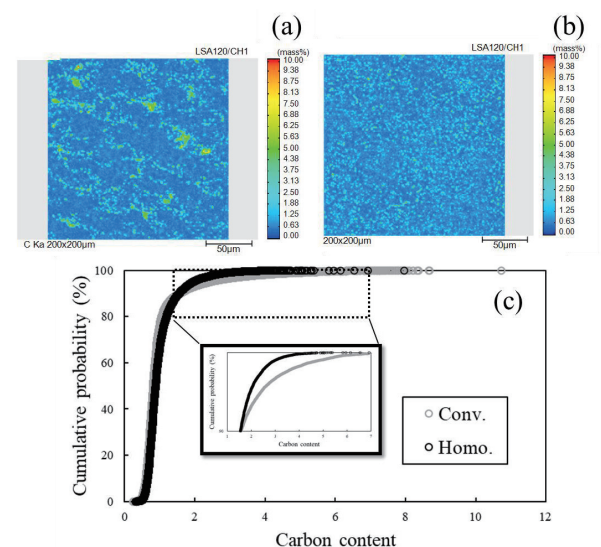


Fig. 6 Carbon content maps by EPMA; (a)Conv.; (b)Homo. quenched and tempered from 1323 K and 813 K; (c)Cumulative distribution as a function of carbon content calculated from mapping (a) and (b).

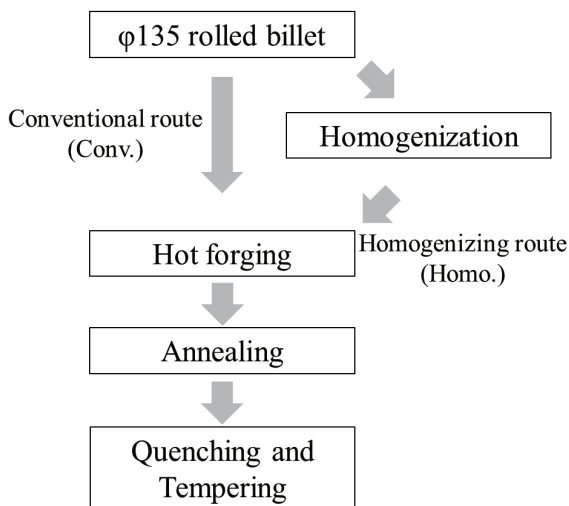


Fig. 4 Brief experimental flow.

り、炭素量のばらつきが低減されている。さらに、累積頻度確率分布の分位点10%, 50%, 90%と以下の式を用いて、ばらつきの指標Sを求めた。

$$S = \frac{(C_i^{90} - C_i^{10})}{C_i^{ave}} \quad (1)$$

C_i^{10} 、 C_i^{90} はそれぞれ分位点10、90%における元素量、 C_i^{ave} は測定視野における元素量の平均値である ($i = C$ or Cr)。Table 1に測定視野内における炭素量とCr量の最大値および指標Sを求めた結果を示す。均質化材のいずれの元素においても、最大値および指標Sが低減されており、均質化処理によりミクロ偏析が低減されたと推定される。

4.2 ミクロ組織

Fig. 7 (a) - (d) に焼入材のミクロ組織観察結果を示す。(a) (b) が反射電子像、(c) (d) がピクラル-第二塩化鉄でエッチングした試料の光学顕微鏡画像である。Fig. 7 (a) (b) の白矢印で示す相が M_6C 、黒矢印で示す相が M_7C_3 と考えられる。均質化材の一次炭化物は従来材よりも微細化していることを確認した。また、Fig. 7 (c) (d) に示すように、均質化材の結晶粒径は11 μm であり、従来材の15 μm よりも微細であった。

Table 1 Parameters of carbon and chromium content calculated from Fig.6.

Element	Parameters	Conv.	Homo.
Carbon	Max	10.7	8.0
	S	0.91	0.84
Chromium	Max	36.9	26.4
	S	0.41	0.36

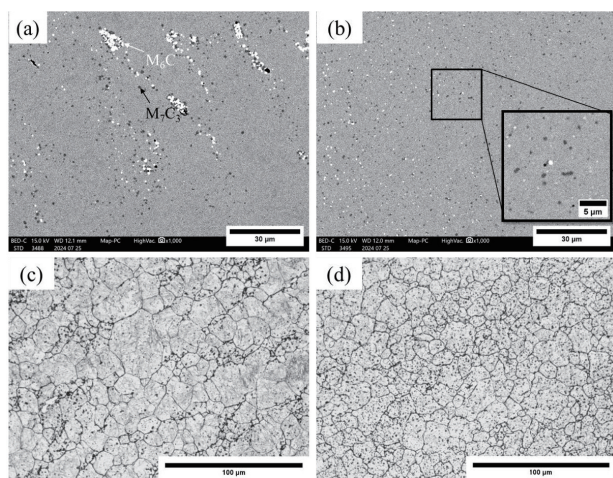


Fig. 7 Micrographs in (a)(c)Conv. and (b)(d)Homo.; (a)(b) backscattered electron images; (c)(d) optical micrographs as-quenched from 1323K. Inset in (b) shows high magnification image.

Fig. 8 (a) (b) にIPF (Inverse Pole Figure) マップを示す。黒線はブロック境界として15°以上の方位差を表している。均質化材において、 α' の内部組織が従来材よりも微細であることを確認した。15°以上の境界に囲まれた面積から算出した円相当直径の面積荷重平均をブロック径と定義すると、従来材は2.7 μm 、均質化材は1.8 μm であった。

4.3 力学特性

Fig. 9に γ 化温度1323 Kの硬さ曲線を示す。673 K焼戻しにより焼入の硬さから低下し、773 K以上から増加する典型的な二次硬化挙動を示している。均質化材の方が硬さが約0.3-0.5 ポイント従来材より高い傾向であった。

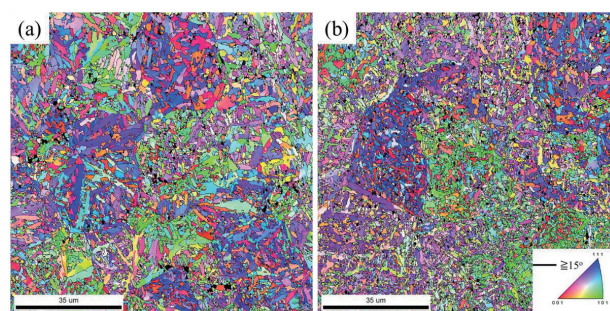


Fig. 8 Inverse pole figure maps; (a)Conv.; (b)Homo. quenched and tempered from 1323 K and 813 K

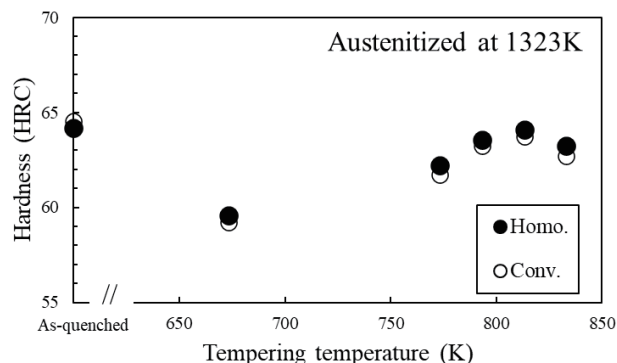


Fig. 9 Variation of hardness as a function of tempering temperature.

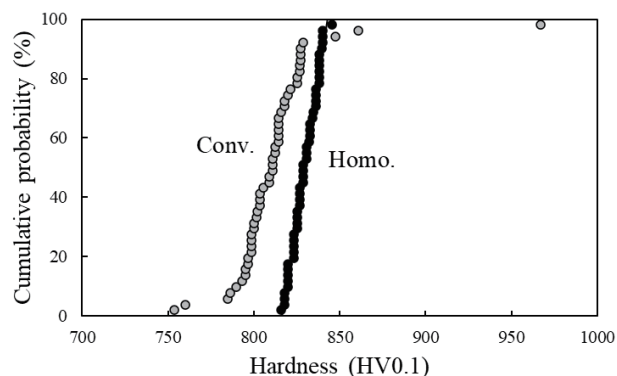


Fig. 10 Cumulative distribution function of micro vickers hardness in Conv. and Homo. quenched and tempered from 1323 K and 813 K.

この均質化処理による硬さの向上は5.1で議論する。

硬さのばらつきを検証するため、Fig. 10に焼入焼戻材（1323 K- 813K）を0.98 N、n=50のピッカース硬さを実施し、累積頻度確率を求めた結果を示す。均質化材の累積頻度確率の傾きは急峻になっており、明らかに硬さばらつきは低減されている。

Fig. 11にシャルピー衝撃試験の結果を示す。均質化材（▲●）は従来材（△○）右上に位置しており、硬さ-じん性のトレードオフが改善されていることを確認した。このじん性（衝撃値）の向上は5.2で議論する。

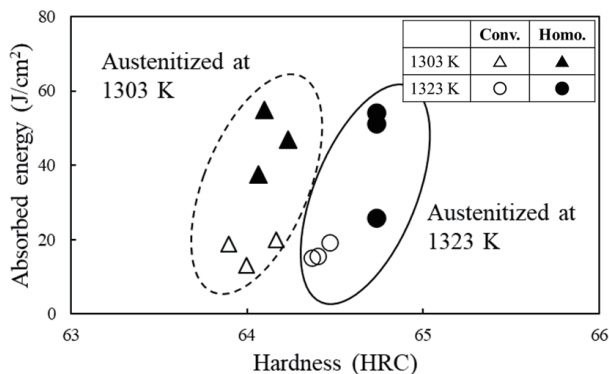


Fig. 11 Relation between absorbed energy and hardness in Conv. and Homo.

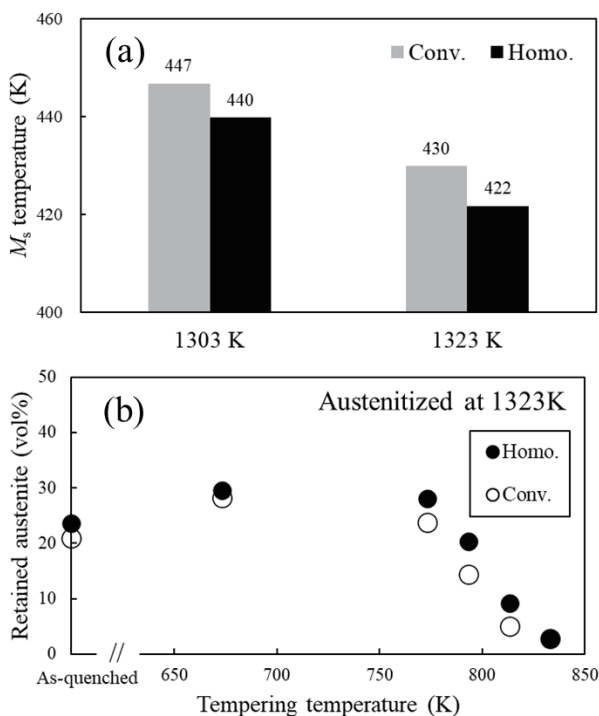


Fig. 12 (a) M_s temperature in Conv. and Homo. austenitized at 1303 and 1323 K. (b) Retained austenite volume fraction as a function of tempering temperature in Conv. and Homo. austenitized at 1323 K.

5. 考察

5.1 均質化処理による焼戻し硬さの向上

Fig. 9、10に示したように均質化材の焼戻し硬さは従来材よりも向上した。この均質化処理による硬さの向上について、「 γ 化温度の固溶元素量」（特に、固溶炭素量）の観点から考察する。 γ 化時の固溶元素量を間接的に見積もるため、フォーマス試験による M_s 点測定およびX線回折により γ_R 量を評価した。Fig. 12 (a) (b)に M_s 点と γ_R の測定結果を示す。均質化材の M_s 点は γ 化温度によらず低く、焼戻材の γ_R 量は均質化材の方が多い。したがって、 γ 化時の固溶元素量は均質化材の方が多いことが間接的に推測される。また、均質化材の γ_R 量は焼戻温度によらず多いため、焼戻し硬さの向上を γ_R 量から説明できず、他の強化因子について考慮する必要がある。

固溶炭素量を定量的に見積もるため、 α' のX線プロファイルからの c/a を計算し、式(2)¹³⁾を仮定して相対的な炭素量の差を計算した。加えて、 M_s 点の相対的な差から式(3)¹⁴⁾を仮定して、相対的な炭素量の差を計算した。なお、ここでは c/a と M_s 点に与える他元素の影響は小さいとして無視した。

$$\frac{c}{a} = 1 + 0.031[\text{mass}\%C] \quad (2)$$

$$M_s = 350[\text{mass}\%C] \quad (3)$$

Table 2に相対的な固溶炭素量差の計算結果を示す。いずれの場合も均質化材の方が約0.02%高いと計算された。 γ 化時の固溶炭素量（および炭化物形成元素）の増加は二次硬化量の増加をもたらすため¹⁵⁾、Fig. 9の773 K以上の焼戻し硬さの向上は二次炭化物量の増加に起因すると考えられる。一方、673 K焼戻材における固溶炭素量は不明であるが、Fig. 13に(211) α' ピークを示すように、 α' の正方晶性に起因する低角側の裾広がり¹⁶⁾が均質化材の方が大きい。これは673 K焼戻後も均質化材の固溶炭素量が高いことを示唆しており、硬さの向上は固溶炭素による固溶強化の寄与¹⁷⁾が示唆される。しかしながら、673 Kおよび773 K以上の焼戻材における強化量の定量的な差異については、今後の検討課題とする。

Table 2 Estimation differences of solid carbon content by gaps in M_s temperature and c/a ratio in as-quenched Conv. and Homo.

	c/a	M_s (K)
Conv.	1.0201	157
Homo.	1.0208	149
Difference	+0.0007	-8
Difference of solute carbon content mass%	0.02	0.02

5.2 均質化処理による衝撃値の向上

Fig. 11に示したように均質化処理により衝撃値は向上した。衝撃値の向上について議論する上で、まず衝撃値を支配する現象をき裂の「発生」と「伝ば」に分けて考える。そのために、Fig. 11とは別に計装化シャルピー衝撃試験を実施した。Fig. 14 (a) に荷重-変位曲線を示す。いずれも荷重-変位曲線の形状に違いはないが、均質化材の方が高い荷重まで到達している。Fig. 14 (b) に衝撃値を最大荷重点に基づいて、き裂発生エネルギー E_i とき裂伝ばエネルギー E_p に分離¹⁸⁾した結果を示す。均質化材の E_i と E_p いずれも従来材と比較して高い。そして、衝撃値の70%以上はき裂発生として消費されていることから、以降では支配的な「き裂発生」の観点から議論する。

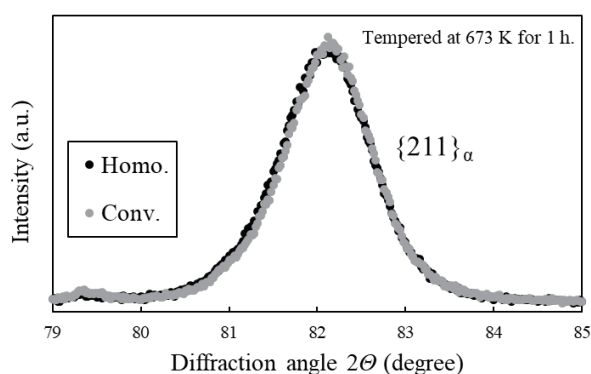


Fig. 13 $\{211\}_\alpha$ diffraction peaks in Conv. and Homo. tempered at 673 K for 1 h.

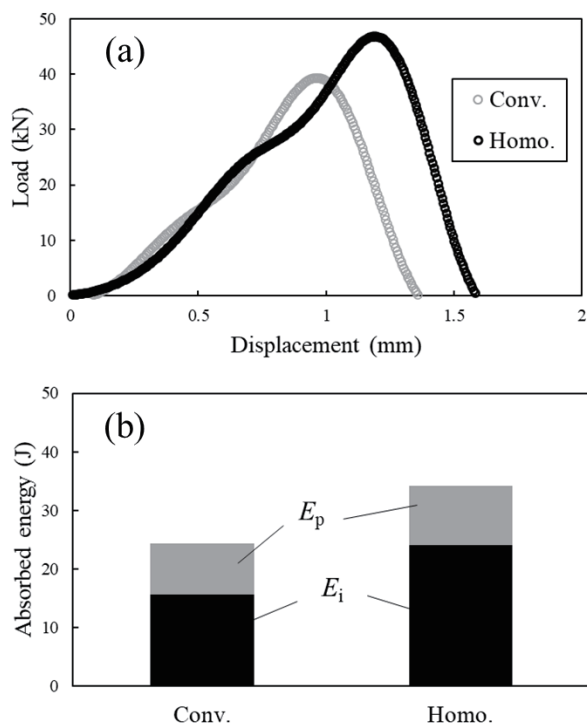


Fig. 14 Results of instrumented Charpy impact tests in Conv. and Homo.; (a) load-displacement curve; (b) Separation of absorbed energy.

「き裂発生」を議論するため、起点の観察を行なった。Fig. 15 (a) (b) にシャルピー衝撃試験片の起点観察結果を示す。従来材の起点は粗大な一次炭化物であり (Fig. 15 (a))、炭化物の割れを伴っていた。一方、均質化材の起点は微細な一次炭化物の「凝集体」であった。均質化材の起点寸法に関しては、凹凸が大きく、どの部分を起点とするか不明瞭であったため、一次炭化物を対象にした極値統計分布を評価した。その結果をFig. 16に示す。均質化材の一次炭化物の $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ は従来材よりも10 μm 微細であった。したがって、一次炭化物寸法の微細化が衝撃値向上に寄与していると考えられる。なお、Petchモデル¹⁹⁾に基づく有効結晶粒径 (旧 γ 粒径あるいはブロック径) の低減 (Fig. 7, 8) に伴う炭化物へのパイラップ転位の低減や γ_R も衝撃値の向上に寄与している可能性もあるが、今後の検討課題とする。

6. その他特性 (熱処理変寸と耐摩耗性)

一次炭化物寸法が大きく変化した場合、力学特性以外への影響も大きいことが考えられる。そこで、熱処理変寸と耐アブレシブ摩耗性評価を実施した。Table 3に70×70×25 mmの角材を真空焼入焼戻した時の熱処理変寸の結果を示す。均質化材の熱処理変寸は従来材より30%以上低減された。詳細なメカニズムは今後の課題とするが、冷

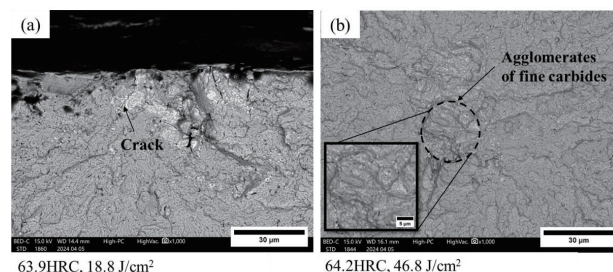


Fig. 15 Fracture surface of Charpy impact test specimen; (a) Conv.; (b) Homo. Inset shows high magnification image of agglomerates of fine carbides.

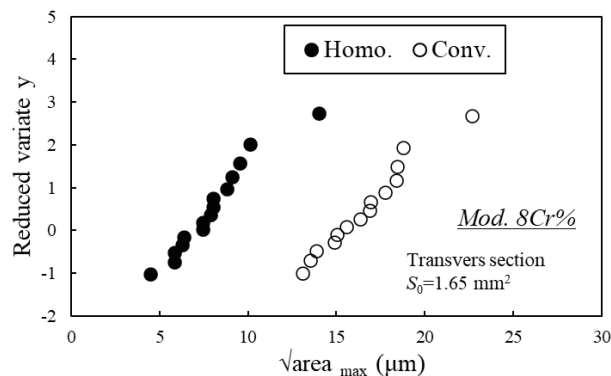


Fig. 16 Statistics of extremes distribution of primary carbides contained in Conv. and Homo. specimens.

間金型で重要な寸法安定性に対し一次炭化物の微細化というアプローチが有効であること示唆している。一方、Fig. 17にASTM G65に基づくけい砂6号を用いたアブレシブ摩耗試験結果を示す。均質化材の比摩耗量は従来の1.2倍であり、耐摩耗性は劣化した。耐アブレシブ摩耗性は一次炭化物寸法の減少に伴い劣化する¹⁾ことから、本結果はその傾向と一致した。

このように一次炭化物の微細化は力学特性や熱処理変寸といった特性に対し有効である一方、耐アブレシブ摩耗性を劣化させるなど、負の影響も存在する。使用される用途の損傷形態に応じて、一次炭化物寸法は適切に制御されるべきと考える。

7. 結言

冷間工具鋼を対象に均質化処理の効果を検証した。熱力学計算と熱分析を用いて鋼種選定を行ない、8%Cr改良鋼を実験鋼種として選定し、均質化処理の効果を検証した。主な結論を以下に示す。

(1) 均質化処理により、ミクロ偏析に起因するDTAの吸熱ピークが消失した。また、EPMAによる炭素マッピングから炭素分布は均一化した。さらに、一次炭化物、結晶粒径、ブロック径が均質化処理により微細化することを確認した。

Table 3 Dimensional changes after quenching and tempering in vacuum.

Test piece		Width %	Length %	Thickness %
Conv.	Min	0.07	0.07	0.09
	Max	0.08	0.08	0.09
Homo.	Min	0.02	0.02	0.05
	Max	0.04	0.04	0.06

*Specimen dimension; 70 x 70 x 25 mm; austenitizing temperature: 1303 K; tempering temperature 803 K - 2 times + 673 K 1 time.

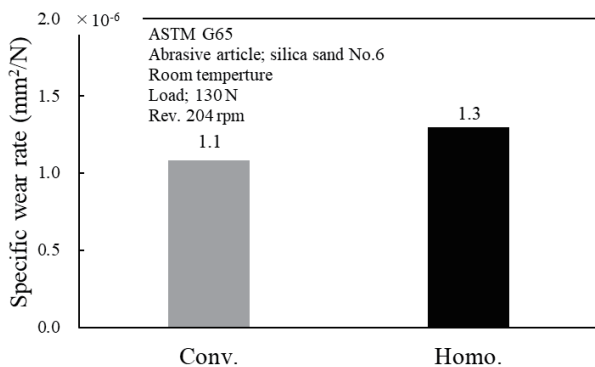


Fig. 17 Specific wear rates of three dimensional abrasive wear test in Conv. and Homo.

(2) 均質化処理により、焼入焼戻し硬さおよびシャルピー衝撃値が向上し、強度－じん性のトレードオフが改善した。焼入焼戻し硬さの向上は、主にオーステナイト化時の固溶元素量の増加に起因した現象と推定した。一方、衝撃値の向上は一次炭化物の極値統計分布から、主に一次炭化物の微細化が寄与したと推測した。

(3) 冷間工具鋼の重要な特性として、熱処理変寸および耐摩耗性（アブレシブ摩耗）を評価した。均質化処理により、熱処理変寸は低減された。一方で耐摩耗性は劣化した。使用される用途の損傷形態に応じて、一次炭化物寸法は適切に制御されるべきと考える。

参考文献

- 1) R A. Mesquita: Tool steels – Properties and Performance, Taylor & Francis, (2017), 145-186, 35-36.
- 2) 斎藤和也, まてりあ, 53(2014)12, pp. 584-588.
- 3) 伊藤恒夫, 特殊鋼, 43(2025)3, 48-49.
- 4) 阿部源隆, 中村秀樹, 調英夫, 日本金属学会会報, 25(1986)5, 438-440.
- 5) 尾崎公造, 電気製鋼, 76(2005)4, 249-257.
- 6) 井上茂保, 水野幸隆, 関谷敏男, 亀田真, 日本金属学会会報, 28(1989)6, 511-513.
- 7) 澤繁樹, 西村富隆, 椿富衛, 日特技報, 10(1974)1, 1-15.
- 8) L. Du, W. Wang, D. Ke, H. Li, J. Fu, Y. Pan, *Metall. Mater. Trans. A*, 57(2026), 2833-2853
- 9) 社内データ.
- 10) J. O. Andersson, T. Helander, L. Höglund, P. Shi, B. Sundman, Thermo-Calc and DICTRA, Computational tools for materials science, CALPHAD, 26 (2002) 273-312.
- 11) 村上敬宜, 金属疲労 微小欠陥と介在物の影響, 養賢堂, 東京, (1993), 233-250, 195-207.
- 12) 阿部英嗣, 前田康裕, 石黒太浩, 湯川伸樹, 石川孝司, 岡島琢磨, 塑性と加工, 55(2014)644, 868-872.
- 13) Y. Lu, H. Yu, R. D. Sisson, Jr., *Mater. Sci. Eng. A*, 700(2013), 592-597.
- 14) 門間改三, 鉄鋼材料学 改訂版, 実教出版, 東京, (1989), 160.
- 15) P. Michaud, D. Delagnes, P. Lamesle, MH. Mathon, C. Levallant: *Acta Mater.*, 55(2007)14, 4877.
- 16) 岩村真歩, 塚原真宏, 井戸原修, 三阪佳孝, 高木節雄: 鉄と鋼, 107(2021)10, 853.
- 17) 浦中祥平, 平嶋一誠, 前田拓也, 増村拓朗, 土山聡宏,

鉄と鋼, 109(2023)7, 649-660.

18) 横井大円, 辻井信博, 深浦健三, 砂田久吉, 材料,
46(1997)6, 587-591.

19) N. J. Petch, Acta Metallurgica, 34(1986)7,
1387-1393.

■ 著者



三浦 滉大



館 幸生



澤田 俊之