

# 半熔融プロセッシングによる高合金工具鋼の省エネルギー製造の学問体系化と技術開発に関する研究

東京大学 生産技術研究所  
特任助教 孟 毅

(平成 26 年度奨励研究助成 AF-2014032)

キーワード：半熔融プロセッシング，高合金工具鋼，微細組織

## 1. 研究の目的と背景

現在、我が国の工具鋼の生産は多パス熱間圧延による方法によって行なわれている。その方法は加工時間が長く、高エネルギーと資源を浪費し、環境汚染を引き起こす。本研究は、1) 金属の半熔融処理技術に基づき、鑄造鉄鋼材料の樹枝状組織を微細化する機構を明らかにし、2) 新しい工具鋼の生産方法を開発し、3) 従来法で生産した市販材と同等の機械的特性値を持つ鉄鋼材料を製造する。すなわち熱間ダイス鋼 SKD61 鋼について、鑄造材を出発点として、3 時間程度の子加工+半熔融処理+1 パス熱間圧延によって、従前の 24 時間の高温加熱・20 パス以上の熱間圧延（合計で 50 時間程度）と代替し得る（時間・エネルギー 1/10）ことを見出す。

工具鋼は Cr-Mo-V を添加物とする高合金鋼であり、金型や切削工具に広く適用されている。この工具鋼の研究開発および製造技術においては、我が国はドイツや米国と並び世界のトップグループを形成している。工具鋼の示す優れた耐熱性（結晶の熱的安定性）や耐摩耗性は、工具鋼の微細なマイクロ結晶構造と、その粒界や粒内に形成される安定なナノサイズ炭化物（VC 等）によってもたらされている。我が国は鉄鋼製造工業の大国であり、総出荷額は 11 兆 2, 291 億円、従業員数は 74, 403 人である。我が国の製造

現場において大量に消費されている工具鋼のマイクロ結晶構造の制御とナノサイズ炭化物の分散および形態の制御は、ナノサイズ炭化物があまりにも安定であるが故に多数の工程とエネルギーを必要としているのが現状である。具体的に言えば、24 時間の高温加熱でバナジウムを固溶させ、さらに再結晶による結晶粒の微細化を行うために 20 パス以上の熱間圧延を行う工程を利用することを強いられ、長い加工時間と高エネルギーを浪費している。そのため、抜本的な対策が求められている。

半熔融金属中に離散する球状固相粒子は液相の基質に分布する。球状の微細構造を持つ半熔融金属は調節可能な流動性、および制御可能な粘度など様々な優れた特性を示すことが知られている。均質な半固体球状微細構造を得るために、種々の方法が世界の研究者によって開発されつつある。設備と工具材料の低負荷の要求を満たす、RAP（再結晶と部分熔融）方法は、鉄鋼材料のこのような要求に適している。

RAP 処理は温間加工と加熱処理を利用して金属材料の再結晶と部分熔融を引き起こし、均一球状の半熔融状態の微細組織を得る方法である。RAP 処理に基づいて、新しい工具鋼生産方法を提案する。新しい工具鋼生産方法を図 1 に示す。粗い樹状微細構造を持つインゴット鑄造鉄鋼ビレ

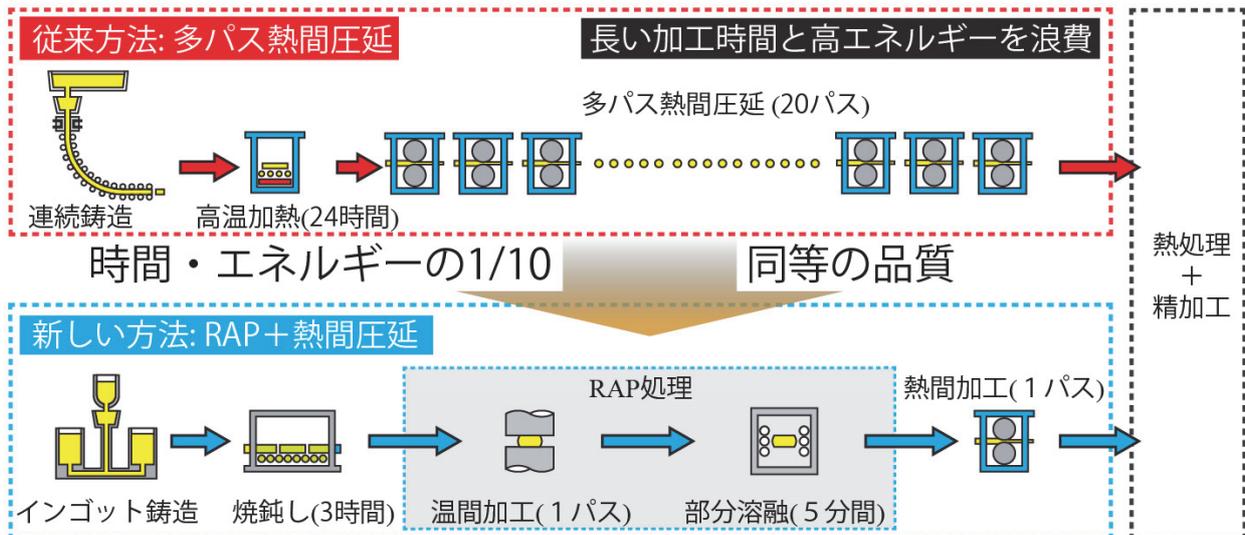


図 1. 従来の工具鋼生産方法と提案する工具鋼生産方法

ットを温間塑性変形する。変形した鉄鋼材料を半熔融温度まで加熱する。加熱の過程中、再結晶、オーステナイト化、結晶粒の成長、部分溶解が逐次に発生する。部分溶解は結晶粒界などの合金元素に富んだ領域に発生するため、均一球状微細組織が得られる。先の予備実験の結果は、簡単なRAP 処理では組織の微細化と機械的特性の改善が予想する目的に達することができないことが判明した。RAP 処理した鉄鋼材料の微細組織と機械的特性に及ぼす RAP 処理の様々なパラメーター、RAP の前処理と後処理の影響を見出す必要があることが判明した。具体的には、RAP 処理のパラメータは、温間加工の温度と変形量、加熱処理の加熱速度、最終温度、等温保持時間などである。RAP 処理の前処理は鑄造材の鑄造方法、冷却速度が重要となり、後処理は熱間加工、熱処理が重要となる。

## 2. 実験方法

### 2.1 実験材料の紹介

本研究には、2 つ種類高合金工具鋼を利用された。冷間工具鋼 SKD11 と熱間工具鋼 SKD61 です。この 2 種類の高合金工具鋼の合金元素含有量を表 1 に示しました。冷却実験の結果を元にして、冷間工具鋼 SKD11 と熱間工具鋼 SKD61 の半熔融温度区域を測定した。SKD11 の半熔融温度区域は 1200 - 1342 °C。SKD61 の半熔融温度区域は

1318 - 1489 °C。

### 2.2 実験方法の紹介

図 2 に、部分溶解実験や圧縮試験に用いた機構、金型、試験片の外観と寸法を示した。試験片を決めた温度に加熱して、20 秒で等温保持したら、室温に水冷します。後に、試験片を研磨し、腐蝕したら、微細組織を光学顕微鏡や SEM で観察します。試験片中の合金元素の分布を EDS で分析します。試験片中の金属相を EBSD で分析します。

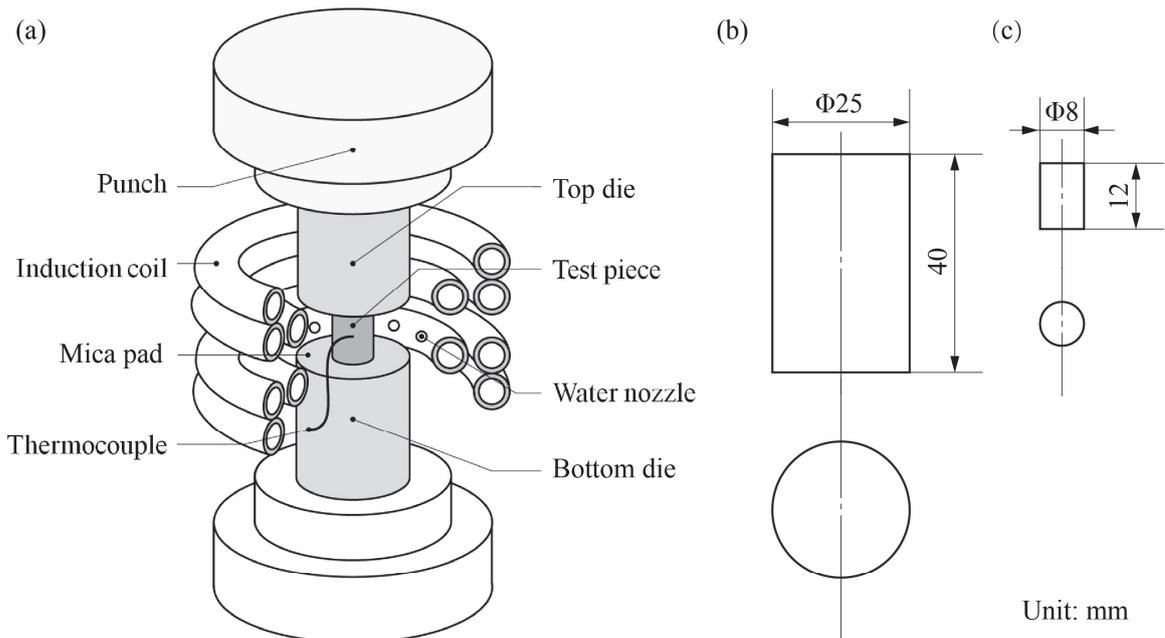
## 3. 実験結果と討論

### 3.1 微細組織の変化

室温に冷間工具鋼 SKD11 の違う方向の微細組織を図 3 に示している。2 種類の炭化物を発見しました。大きな炭化物が圧延方向に分布している。小さい炭化物は均一分布している。EDS 結果を元にして、大きな炭化物と小さい炭化物は全部  $M_6C$  炭化物です。大きな炭化物存在の原因は原材料鑄造の時発生した合金元素の分離です。多い合金元素が樹枝状金属結晶の間に生成しました。後の熱間圧延が炭化物の方向性を引き起こす。小さい炭化物生成の原因は熱間圧延後の熱処理です。熱処理の過程中、二回炭化物を析出しました。そして、小さい炭化物の分布は方向性が無く、均一です。

表 1 冷間工具鋼 SKD11 と熱間工具鋼 SKD61 の合金元素含有量

	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	V	Mo	Fe
SKD11	1.46	0.26	0.44	0.26	0.001	0.11	0.20	11.56	0.22	0.82	Bal.
SKD61	0.36	0.94	0.47	0.014	0.003	0.09	0.06	5.26	0.8	1.2	Bal.



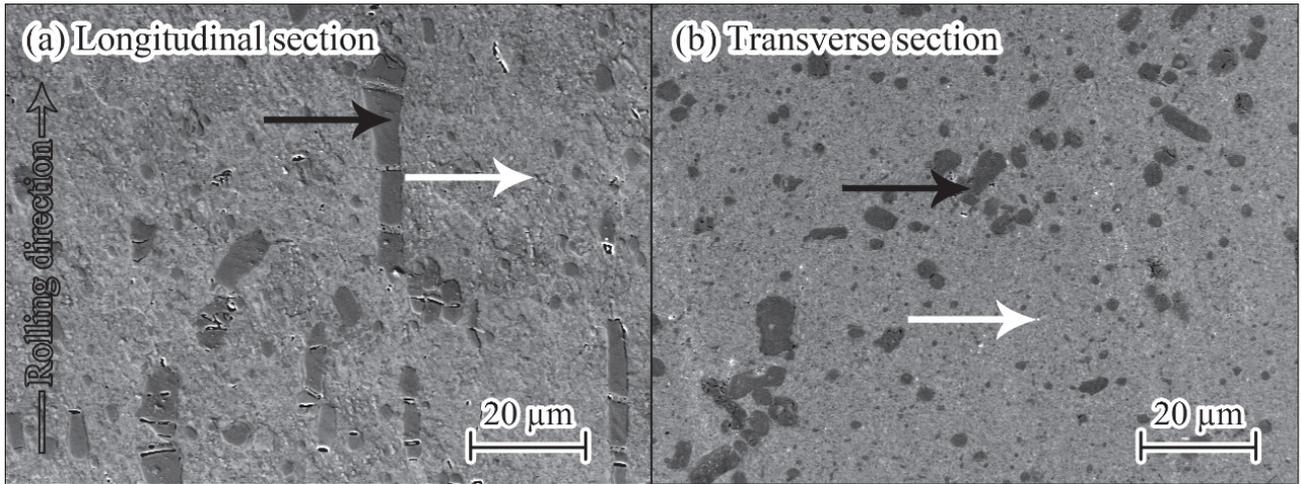


図3 室温に冷間工具鋼 SKD11 の微細組織、大きな炭化物と小さい炭化物が黒と白の矢印で表示した。

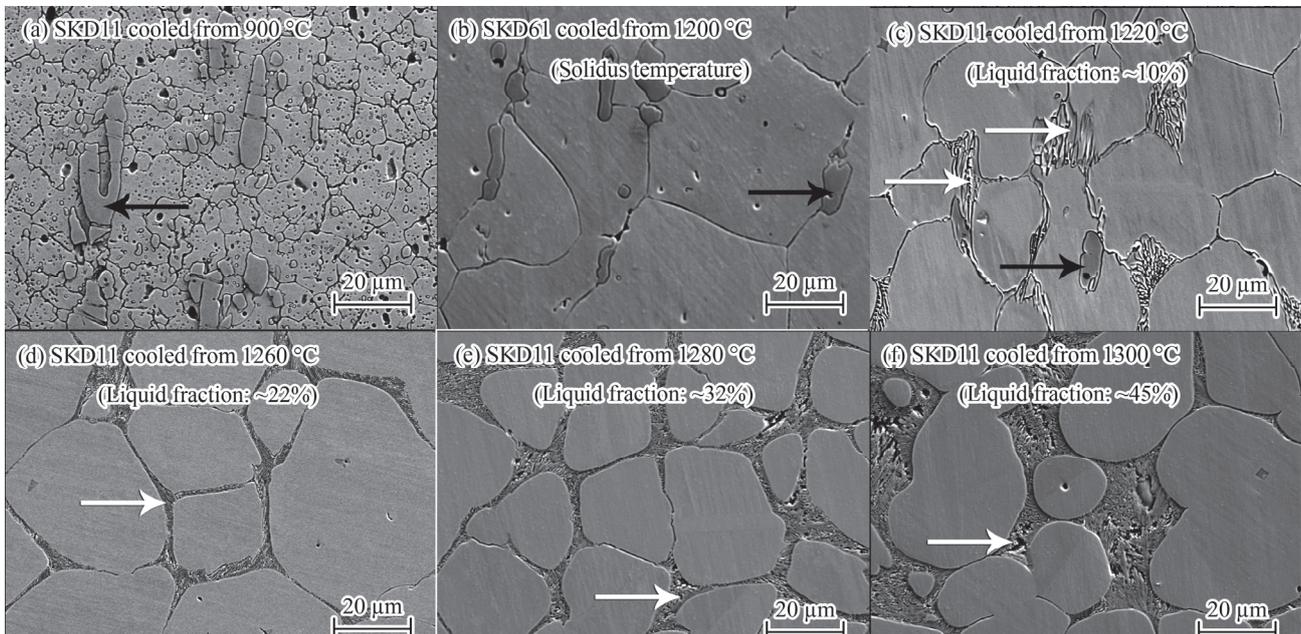


図4 違う温度に冷間工具鋼 SKD11 の微細組織、炭化物と液相が黒と白の矢印で表示した。

違う温度で水冷した冷間工具鋼 SKD11 の微細組織を図4に示している。温度が高くなったら、小さい炭化物が金属基体中に固溶した。結晶粒の成長も発生した。大きな炭化物のピンニング影響が結晶粒の成長を止まりました。試験片の温度が半熔融温度区域に入ったら、部分熔融が結晶粒界と炭化物の隣に発生しました。温度が高い、液相が高い。1260度の試験片中に液相のNetworkを成形しました。1300度に、球状半熔融微細組織を得られた。

室温に熱間工具鋼SKD61の違う方向の微細組織を図3に示している。1つ種類炭化物を発見しました。小さい炭化物は均一分布している。EDS結果を元して、この炭化物は全部  $M_3C$  炭化物です。炭化物存在の原因は冷間工具鋼SKD11中の小さい炭化物の生成原因と同じ。熱間圧延後の熱処理です。熱処理の過程中、二回炭化物を析出しま

した。そして、小さい炭化物の分布は方向性が無く、均一です。

違う温度で水冷した熱間工具鋼 SKD61 の微細組織を図6に示している。温度が高くなったら、小さい炭化物が金属基体中に固溶した。結晶粒の成長も発生した。試験片の温度が半熔融温度区域に入ったら、部分熔融が結晶粒界と炭化物の隣以外、結晶粒中にも発生しました。結晶粒中の液滴を生成の原因は、加熱中炭化物は金属期待中に拡散しました。昔の炭化物が有る場所に合金元素の含有量が隣の場所より高い。そして、この場所の熔融温度が低く、熔融発生時間が別の場所より早いです。温度が高く、液相が高い。1365度の試験片中に液滴が結晶粒を分割しました。そして、小さい結晶粒を得られた。その後、液滴のNetworkを成形しました。1405度に、球状半熔融微細組織を得られた。

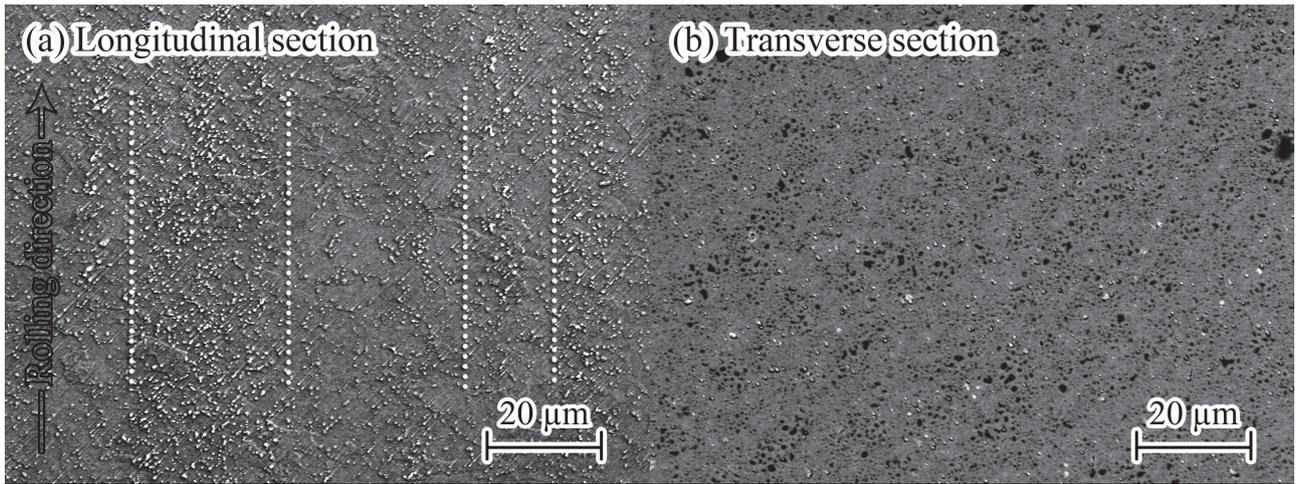


図5 室温に熱間工具鋼 SKD61 の微細組織、炭化物を白い線で表示した。

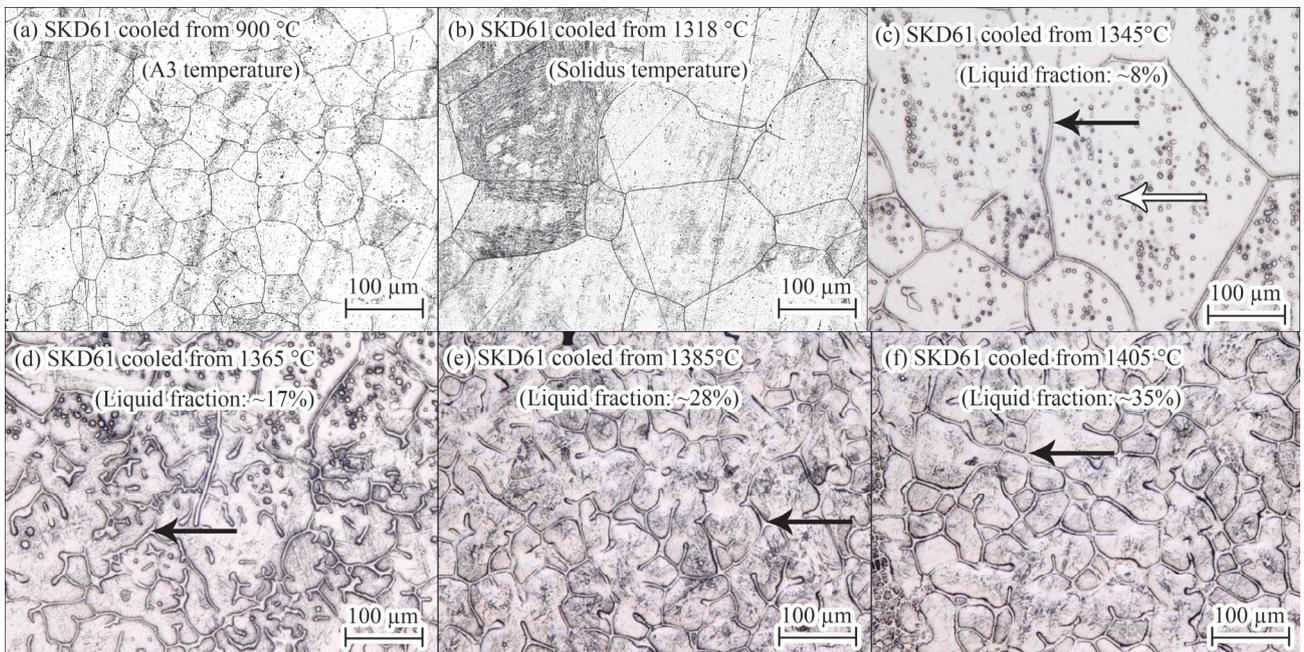


図6 違う温度で水冷した熱間工具鋼 SKD61 の微細組織、液膜と液滴が黒と白の矢印で表示した。

冷間工具鋼 SKD11 と熱間工具鋼 SKD61 の結晶粒経や液相体積比率の関係が図7に示している。大きな炭化物が全部固溶しないため、微細組織のピンニングを引き起こす。残留炭化物のピンニング影響により、冷間工具鋼 SKD11 の結晶粒経が約 30 $\mu\text{m}$ です。結晶粒経はあまり変化しません。しかし、熱間工具鋼 SKD61 中に、炭化物が全部固溶しました。半熔融温度区域に入ったら、結晶粒中に部分溶解も発生しました。熱間工具鋼 SKD61 結晶粒中の液滴が結晶粒を分割しました。結晶粒経約 100 $\mu\text{m}$ からが約 40 $\mu\text{m}$ に小さくなりました。

以上の微細組織観察結果と分析結果に元して、合金元素の含有量が違う場合は、部分溶解過程で冷間工具鋼 SKD11 と熱間工具鋼 SKD61 の微細組織の変化も違うことが判明した。冷間工具鋼 SKD11 と熱間工具鋼 SKD61 の部分溶解過程での微細組織変化を図8にまとめました。

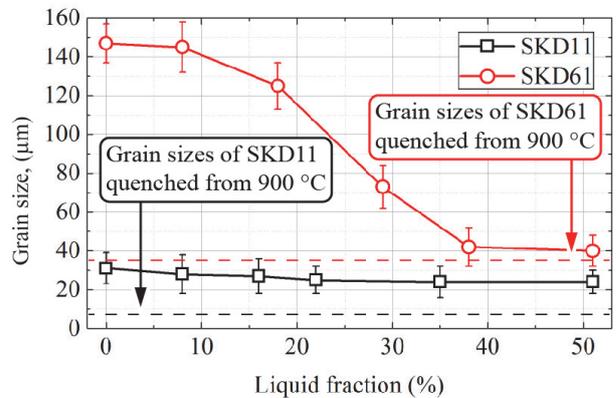


図7 冷間工具鋼 SKD11 と熱間工具鋼 SKD61 の結晶粒経や液相体積比率の関係

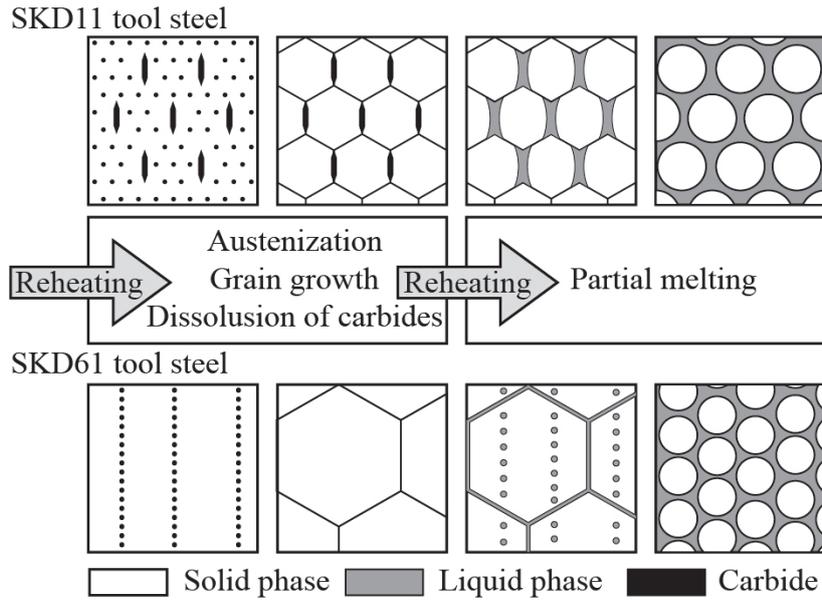


図 8 冷間工具鋼 SKD11 と熱間工具鋼 SKD61 の部分熔融過程中の微細組織変化

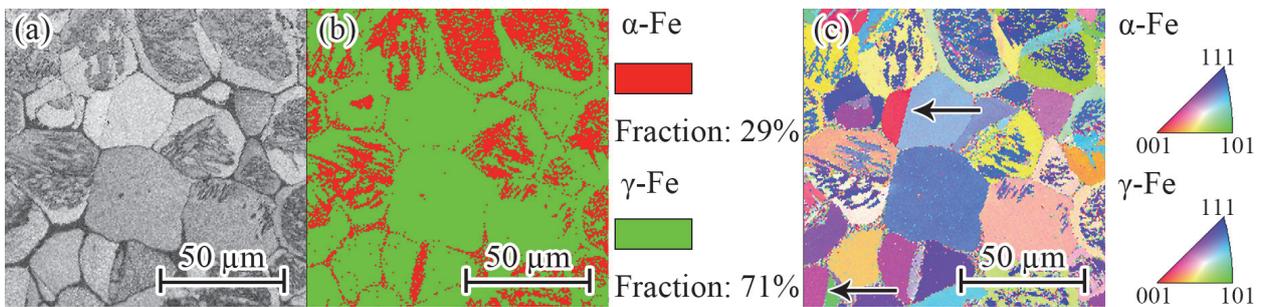


図 9 1280 度から冷却した冷間工具鋼 SKD11 の EBSD 分析結果、孪生を黒い矢印で表示した。

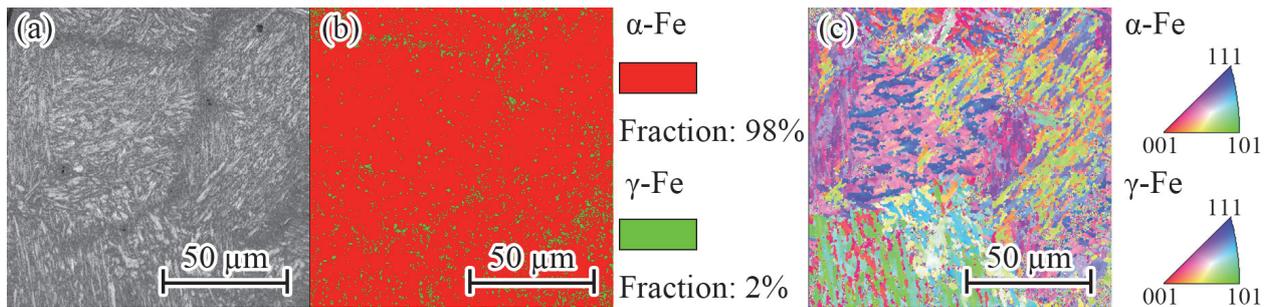


図 10 1385 度から冷却した熱間工具鋼 SKD61 の EBSD 分析結果。

図 8 に示している、加熱中の冷間工具鋼 SKD11 と熱間工具鋼 SKD61 の中にオーステナイト化、結晶粒の成長、炭化物の拡散、部分熔融が発生した

後に、EBSD を利用して、1280 度から冷却した冷間工具鋼 SKD11 と 1385 度から冷却した熱間工具鋼 SKD61 試験片中の金属相を分析しました。EBSD 分析結果が図 9 と図 10 に示している。1280 度から冷却した冷間工具鋼 SKD11 中に、残留オーステナイトの体積比率は約 70% で

す。しかし、1385 度から冷却した熱間工具鋼 SKD61 試験片中に、残留オーステナイトの体積比率は約 2% です。冷却微細組織が違う原因は合金元素含有量によるものです。冷間工具鋼 SKD11 の合金元素含有量が高く、マルテンサイト化開始温度は低い、オーステナイトのマルテンサイト化は不十分で、多い残留オーステナイトを残ります。熱間工具鋼 SKD61 の合金元素含有量が低く、マルテンサイト化開始温度は高い、オーステナイトのマルテンサイト化は十分で、少し残留オーステナイトが残ります。

#### 4. まとめ

本研究のまとめは以下3点がとなります。

- 1) 部分溶融-水冷試験を行って、室温から加熱中冷間工具鋼SKD11と熱間工具鋼SKD61の微細組織の変化を解明しました。
- 2) 冷間工具鋼SKD11と熱間工具鋼SKD61を1300と1405°Cに加熱して、均一な球状微細組織を得られた。合金元素の分布は結晶粒径に影響します。
- 3) 温度は冷間工具鋼SKD11と熱間工具鋼SKD61の微細組織と成形特性に影響します。

#### 謝辞

本研究は天田財団の奨励研究助成のご支援を受けて実施しました。また、日本塑性加工学会、東京大学生産技術研究所柳本潤先生と柳本研究室の皆様へ感謝します。

#### 参考文献

- 1) Atkinson, H., Rassili, A., 2010. Atkinson, H., Rassili, A. (Eds.), Thixoforming steel. Shaker Verlag, Aachen, Germany, pp. 13-18.
- 2) Finkler, H., Schirra, M., 1996. Transformation behaviour of the high temperature martensitic steels with 8 - 14% chromium. *Steel Res. Int.* 67, 328-342.
- 3) Flemings, M.C., 1991. Behavior of metal alloys in the semisolid state. *Met. Trans.* 22A, 957-981.
- 4) Kirkwood, D.H., Sellars, C.M., Eliasboyed, L.G., 1991. Fine grained metal composition. US Patent 5,037,498.
- 5) Li, J., Sugiyama, S., Yanagimoto, J., 2005. Microstructural evolution and flow stress of semisolid type 304 stainless steel. *J. Mater. Process. Technol.* 161, 396-406.
- 6) Li, J., Sugiyama, S., Yanagimoto, J., Chen, Y., Guan, W., 2008. Effect of inverse peritectic reaction on microstructural spheroidization in semisolid state. *J. Mater. Process. Technol.* 208, 165-170.
- 7) Meng, Y., Sugiyama, S., Yanagimoto, J., 2012. Microstructural evolution during RAP process and deformation behavior of semisolid SKD61 tool steel. *J. Mater. Process. Technol.* 212, 1731-1741.
- 8) Meng, Y., Sugiyama, S., Yanagimoto, J., 2014. Effects of heat treatment on microstructure and mechanical properties of Cr-V-Mo steel processed by recrystallization and partial melting method. *J. Mater. Process. Technol.* 214, 87-96.
- 9) Meng, Y., Sugiyama, S., Soltanpour, M., Yanagimoto, J., 2013. Effects of predeformation and semisolid processing on microstructure and mechanical properties of Cr-V-Mo steel. *J. Mater. Process. Technol.* 213, 426-433.
- 10) *Metals Handbook*, 1998. Vol. 15. 9th ed., ASM International, OH, pp. 306-314.
- 11) Omar, M.Z., Atkinson, H.V., Palmiere, E.J., Howe, A.A., Kapranos, P., 2004. Microstructural development of HP9/4/30 steel during partial remelting. *Steel. Res. Int.* 75, 552-560.
- 12) Omar, M.Z., Palmiere, E.J., Howe, A.A., Atkinson, H.V., Kapranos, P., 2005. Thixoforming of a high performance HP9/4/30 steel. *Mater. Sci. Eng., A* 395, 53-61.
- 13) Püttgen, W., Hallstedt, B., Bleck, W., Uggowitzer, P.J., 2007a. On the microstructure formation in chromium steels rapidly cooled from the semisolid state. *Acta Mater.* 55, 1033-1042.
- 14) Püttgen, W., Hallstedt, B., Bleck, W., Löffler, J.F., Uggowitzer, P.J., 2007b. On the microstructure and properties of 100Cr6 steel processed in the semisolid state. *Acta Mater.* 55, 6553-6560.
- 15) Rassili, A., Atkinson, H., 2010. A review on steel thixoforming. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 20, 1048-1054.
- 16) Roberts, G., Krauss, G., Kennedy, R., 1998a. *Tool steels*, 5th ed. ASM International, OH, United States, pp. 67-74.
- 17) Song, R., Kang, Y., Zhao, A., 2008. Semi-solid rolling process of steel strips. *J. Mater. Process. Technol.* 198, 291-299.
- 18) Spencer, D.B., Mehrabian, R., Flemings, M.C., 1972. Rheological behavior of Sn-15 Pct Pb in the crystallization range. *Metall. Trans.* 3, 1925-1932.
- 19) Uhlenhaut, D.I., Kradolfer, J., Püttgen, W., Löffler, J.F., Uggowitzer, P.J., 2006. Structure and properties of a hypoeutectic chromium steel processed in the semisolid state. *Acta Mater.* 54, 2727-2734.
- 20) Young, K.P., Kyonka, C.P., Courtois, J.A., 1983. Fine grained metal composition. US Patent 4,415,374.