

冷間ダイス鋼の熱処理による寸法変化の予測

Prediction of dimensional change during heat-treatment of cold work tool steel

前田 雅人*

Masato MAEDA

Synopsis: The cold work tool steel is needed to have small dimensional change after quenching and tempering treatment. This dimensional change is affected by a wide variety of factors. The influencing factors have not been clarified yet due to difficulty in predicting chemical composition of matrix and amount of fine precipitated carbides after quenching and tempering. In this paper, we aim to predict dimensional change of quenched and tempered cold work tool steel using bulk chemical composition and amount of carbides calculated by Thermo-Calc®. As a result, the predicted dimensional change shows good agreement with the measured dimensional change.

Key words: dimensional change, martensite transformation, tempering, transformation of retained austenite to martensite, cementite precipitation, secondary carbide precipitation

1. 緒言

冷間ダイス鋼で金型を作製するとき、所望の硬度を得るために焼入焼戻しが行われる。この焼入焼戻しを実施することで寸法変化（以下、変寸とする）が起こる。この変寸の度合い（以下、変寸率とする）が小さいことが冷間ダイス鋼に求められる特性の一つであり、所望の硬度が得られる焼入焼戻し条件で熱処理したときに変寸がゼロ、すなわち焼入焼戻し前と同じ寸法になることが望ましい。金型作製時には、焼入焼戻し後の仕上げ加工代が少なくするよう、変寸を予測して焼入焼戻し前の寸法を決定する必要がある。

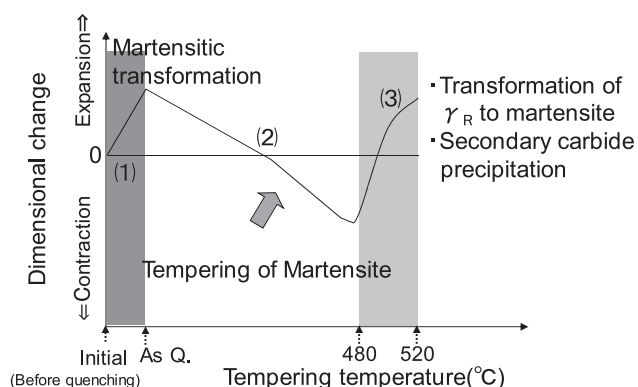
焼入焼戻しによる変寸は相変化の結果として現れる。焼入焼戻しによる相変化とは、焼入れ時のマルテンサイト変態および残留オーステナイト（以下、 γ_R とする）の発生、焼戻し時のマルテンサイトの分解や、炭化物析出・粗大化、 γ_R のマルテンサイト化である。また相変化以外にも、一次炭化物（晶出炭化物）が影響すると言われている¹⁾。このように焼入焼戻しによる変寸に関与する因子は多岐に亘る。変寸の解析・予測は多く行われている^{2) 3) 4)}ものの、焼入れ後に関する例が大半であり、高温焼戻し後まで予測した例は無い。その解析の難しさは、基地の合金成分量および析出炭化物の種類や量のように測定が困難な因子の存在にある。そこで、基地の合金成分量および析出炭化物の種類や量は、熱処理条件下の平衡状態に達するように変化

するとの考え方にに基づき、焼入焼戻しによる変寸率の予測を試みた。

2. 変寸率予測式導出のための解析方法検討

焼入焼戻し時の冷間ダイス鋼の変寸傾向はFig.1に示すように、(1)焼入れ時のマルテンサイト化による膨張と、(2)焼入れ状態からマルテンサイトが焼戻しされることによる収縮、および(3)高温の焼戻しで起こる γ_R のマルテンサイト化や二次炭化物析出による膨張の3段階に大別して見ることが出来る。従って、各段階の相変化による変寸率の予測式を導出し、その式を足し合わせれば、焼入焼戻し後の変寸率が求められると考えた。今回の狙いとしては、冷間ダイス鋼の一般的な焼入温度である1030℃で焼入れし、冷間ダイス鋼でピーク硬さが得られる焼戻し温度の一つである520℃で焼戻ししたときの変寸率を求めることとした。また(2)の収縮と(3)の膨張の境界温度は、実際の冷間ダイス鋼の変寸挙動から480℃とした。そしてまず、焼なまし状態を出発材として、焼入れ後、480℃焼戻し後、および520℃焼戻し後の変寸率ならびに γ_R 量(%)を測定し、次にこれら測定結果を、供試材組成および供試材組成を基にして計算した平衡状態量を変数に用いて解析することにした。

* 研究・開発センター 新商品・技術開発室 商品開発グループ

Fig.1 Dimensional change during quenching and tempering⁵⁾

測定した γ_R 量はバルク成分を説明変数として重回帰分析を行い、バルク成分から γ_R を見積もる予測式を立てた。

また変寸率の解析に用いる因子はFig.2に示す各熱処理状態における構成相の概略図に従って検討した。

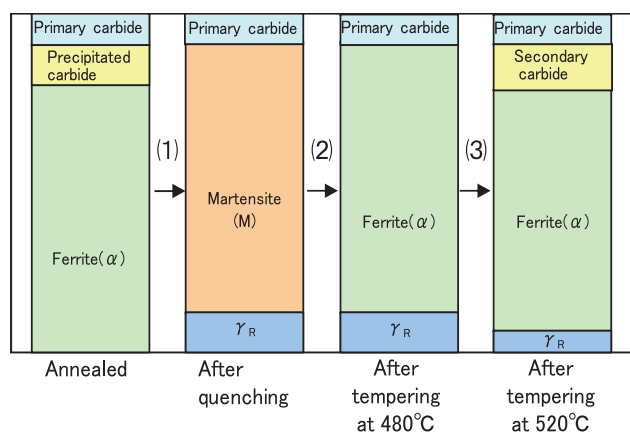


Fig.2 Schematic of changes in amounts of constituent phases with heat-treatment of cold work tool steel (Number in parentheses shows the step in Fig.1)

まず(1)焼入れによる膨張について検討した。焼なまし材を焼入れすると、フェライト (α) 相および析出炭化物は、マルテンサイト相と γ_R に変化し、一次炭化物は変化せずそのまま残存する。よって焼入れ時の変寸に影響する因子は、焼入れ時に固溶する焼なまし材中の析出炭化物量、焼入れ後の基地成分量 (マルテンサイト相の固溶成分量、これは1030°C加熱時の γ 相成分量と見なすことが可能) および、焼入れによって量は変化しないが存在自体が影響因子となる一次炭化物量が挙げられる。他方で、 γ_R が多いほど変寸は収縮側に動くが、その量は合金成分に影響される。そのため、変寸に及ぼす γ_R と変態したマルテンサイト相の影響は、両方とも合金成分の影響として予測式に含まれるとして考えた。そして、変寸はマルテンサイト変態した部分の体積率に比例するものとして解析することにした。

次に、焼入れ後の焼戻しについて、(2)焼入れ状態からマルテンサイトが焼戻しされることによる収縮過程と、(3)

480°C焼戻し後の状態を基準として520°Cで焼戻したときに起こる γ_R のマルテンサイト化や二次炭化物析出により全体として膨張する過程に分けて検討した。(2)の収縮過程では、マルテンサイト相が α 相に変化する。また γ_R は変寸しないものと仮定した。よって480°Cで焼戻したときの変寸に影響する因子としては、マルテンサイト相の固溶成分量、および焼入焼戻の影響を受けない一次炭化物量が挙げられる。(3)の膨張過程では、 α 相内に二次炭化物が析出し、また γ_R がマルテンサイト化した後に更に焼戻しされて α 相になる変化が重なって起こる。よって480°C焼戻し後の状態を基準としたときの520°Cの焼戻し後における変寸に影響する因子としては、一次炭化物量、520°C焼戻し後の基地成分量 (α 相成分量、これは520°C加熱時の α 相成分量と見なすことが可能)、および析出二次炭化物量が挙げられる。以上の検討結果に基づき、変寸率予測式の導出を行うこととした。なお予測式の精度は、自由度調整済み決定係数 (以下、補正 R^2 とする) を用いて評価した。

3. 供試材および実験方法

供試材の組成をTable 1に示す。HT1~HT3は、一次炭化物量の影響を見るため、一般的な冷間ダイス鋼の焼入温度である1030°Cに加熱した時に基地成分が同じとなり、主に一次炭化物である M_7C_3 量のみが変化するように設計した。HT4~HT8は、析出二次炭化物種類の影響を調査するため、1030°C焼入加熱時に固溶温度の高いVC一次炭化物を除いた全ての炭化物が固溶し、且つ、析出二次炭化物の種類と量が変化するように設計した。なお、各熱処理温度における平衡状態の基地成分と炭化物の体積率および種類は、熱力学平衡計算ソフトThermo-Calc[®]にて求めた。

Table 1 Chemical compositions of test steels (mass%)

Steel	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	V
HT1	0.33	0.98	0.30	0.16	10.05	1.24	0.45
HT2	0.59	0.99	0.30	0.17	11.37	1.32	0.72
HT3	0.87	0.92	0.30	0.14	12.57	1.42	0.98
HT4	0.29	0.41	0.49	0.16	7.98	1.00	0.50
HT5	0.29	0.40	0.50	0.15	5.46	2.51	0.49
HT6	0.29	0.44	0.50	0.15	4.98	1.00	0.59
HT7	0.29	0.39	0.50	0.17	2.50	1.51	0.47
HT8	0.28	0.39	0.49	0.15	3.48	0.49	0.30

供試材として、真空誘導溶解炉により溶解し、50kgまたは100kgに造塊した実験鋼塊を準備した。変寸測定用試験片は以下の加工と熱処理を行い作製した。鋼塊を1150°Cに加熱して直径60mmに鍛伸し、長さ60mmで切断した。1030°Cで2h保持した後に空冷する焼ならしをした。更に870°Cで2h保持後に徐冷する焼なましを施した。そして、直径57mm、長さ50mmに加工した。変寸率を測定するための焼入焼戻し処理は、真空熱処理炉 (大亜真空技研

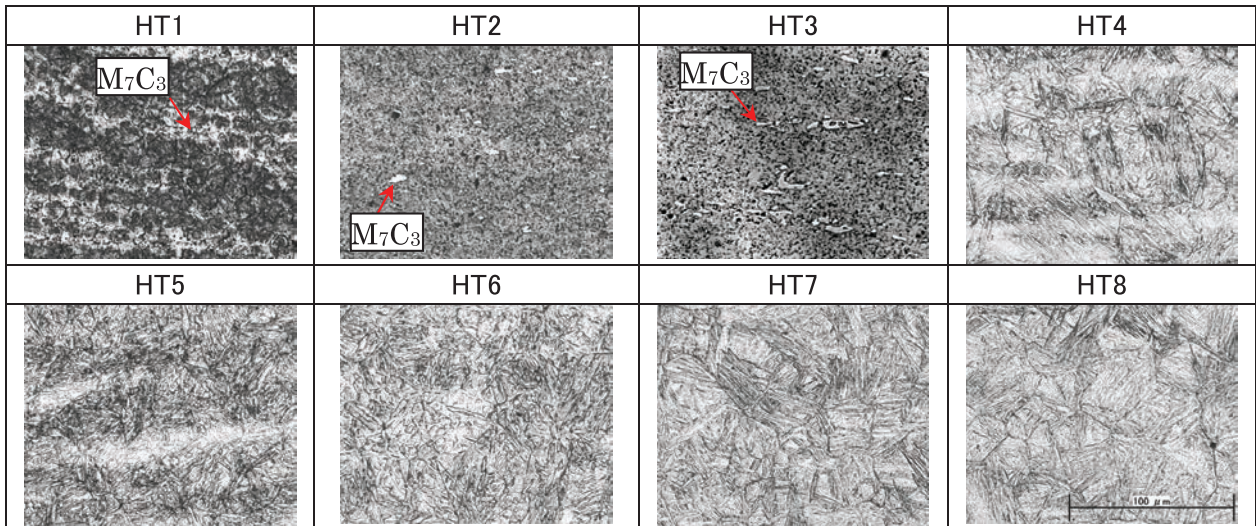


Fig.3 Optical microstructures of test steels after quenching (etched by 4% picral)

(株製) で実施した。焼入焼戻しは次の条件で行った。まず 1030℃で1h保持した後に N₂ガス冷却にて焼入れを行った。続いて480℃あるいは520℃で1.5h保持した後に空冷するという焼戻し処理を2回実施した。焼入焼戻し処理後、試験片の両端部中心（径の中心部）間の長さをマイクロメーターで測定し、変寸率を下記式（1）により算出した。また各熱処理後の γ_R 量はX線回折装置（RIGAKU製RINT RAPID II）で測定した。

$$\text{変寸率 (\%)} = (D_Q - D_A) / D_A \times 100 \cdots (1)$$

(D_Q:熱処理後の寸法、D_A:焼なまし後の寸法)

4.実験結果ならびに解析結果とその考察

4-1.ミクロ組織

Fig.3に示すように、HT1～HT3は、いずれも焼入れ後に残存一次炭化物 (M₇C₃) が確認され、量はHT1、HT2、HT3の順に増加していることを確認した。なお、VCは微細なため光学顕微鏡では確認できなかった。

4-2. γ_R 量測定結果および γ_R 量予測式の導出

各熱処理後の γ_R 量測定結果をFig.4に示す。焼入れ後と480℃焼戻し後と比較すると γ_R 量が殆ど変化していなかった。そこで予測式は、焼入れ後の γ_R 量および520℃焼戻し後の γ_R 量について立てた。具体的には、焼入れ後の γ_R 量 (γ_R (As Q.) 量) および520℃焼戻し後の γ_R 量 (γ_R (at 520℃) 量) の測定結果を供試材のバルク成分で重回帰分析することで、各熱処理状態での γ_R 量予測式を求めた。結果、焼入れ後、および、520℃焼戻し後それぞれの γ_R 量について式 (2)、式 (3) が得られた。ここで式に出てくるM_{バルク} (M=C,Si,Cr,Mo) は、供試材のバルク成分の質量% (mass%) を表す。 γ_R (As Q.) 量予測式は補正R²

が0.47と低かった。焼入れ後の γ_R (As Q.) 量は加熱条件や冷却条件などにより特に変化しやすいため⁶⁾、バラつきが大きくなり精度が低くなったものと考えられる。対して520℃の γ_R 量予測式は補正R²が0.83と高く、精度が高かった。なお、以降の予測式の導出に用いた γ_R 量は、この γ_R 予測式で計算した値を用いた。

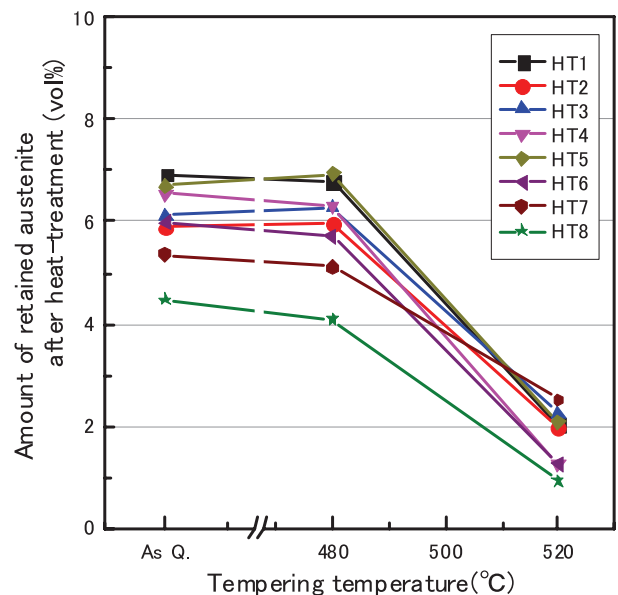


Fig.4 Amount of retained austenite after quenching and tempering

$$\begin{aligned} \gamma_R \text{ (As Q.) 量 [vol\%]} = & 7.252 + 5.457C_{\text{バルク}} + 8.031Si_{\text{バルク}} \\ & - 1.034Cr_{\text{バルク}} \cdots (2) \quad (\text{補正}R^2: 0.47) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \gamma_R \text{ (at 520℃) 量 [vol\%]} = & -1.304 + 1.841C_{\text{バルク}} + 2.584Si_{\text{バルク}} \\ & + 0.444Mo_{\text{バルク}} \cdots (3) \quad (\text{補正}R^2: 0.83) \end{aligned}$$

4-3. 炭化物量の計算結果および各熱処理状態での変寸率の測定結果

各熱処理後の変寸率の測定結果を、Table 2に示す。また、バルク成分からThermo-Calc®にて求めた焼なまし状態の析出炭化物、1030℃で焼入れした時の γ 相の合金成分および一次炭化物、520℃で焼戻した時の α 相成分および二次炭化物量をTable 3、Table 4、Table 5に示す。

Table 2 Dimensional change after quenching and tempering (%) with respect to annealed condition

Steel	After quenching	After tempering at 480°C	After tempering at 520°C
HT1	0.005	-0.005	0.025
HT2	0.007	-0.015	0.027
HT3	0.010	0.002	0.035
HT4	0.002	-0.035	0.015
HT5	-0.035	-0.107	-0.052
HT6	0.025	-0.087	-0.050
HT7	0.055	-0.130	-0.075
HT8	0.122	-0.100	-0.077

4-4. 焼なましから焼入れ後までの変寸率予測式の導出

まず、焼なまし状態から焼入れ後までの変寸率の予測式の導出を行った。焼入れ時の変寸率を目的変数とし、1030℃焼入れ時の γ 相成分および一次炭化物量と、焼なまし時の析出炭化物量を説明変数として重回帰分析を行った。結果、焼入れ後の変寸率予測式として式(4)が得られた。ここで式中の M_γ ($M=Si, Cr, Mo$) は1030℃加熱時

Table 3 Calculated amount of precipitated carbides in annealed condition (vol%)

Steel	$M_{23}C_6$	VC	M_2C	M_7C_3
HT1	6.250	0.114	0	0
HT2	10.861	0.251	0	0
HT3	16.598	0.149	0	0
HT4	5.270	0.228	0	0
HT5	3.930	0.155	0.973	0
HT6	1.053	0.526	0	2.190
HT7	0	0.517	0.686	2.174
HT8	0	0.208	0	3.165

Table 4 Calculated chemical compositions of the matrix (austenite phase) and volume percent of remaining carbides in each specimen quenched at 1030°C

Steel	Chemical compositions of the matrix (mass%)							Remaining carbides(vol%)	
	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	V	M_7C_3	VC
HT1	0.29	0.99	0.30	0.16	9.89	1.19	0.38	0.540	0.059
HT2	0.28	1.03	0.31	0.18	9.84	1.21	0.38	3.917	0.076
HT3	0.29	0.99	0.31	0.17	9.62	1.23	0.38	7.451	0.061
HT4	0.28	0.41	0.49	0.16	8.00	1.00	0.44	0	0.102
HT5	0.29	0.40	0.50	0.15	5.50	2.50	0.45	0	0.072
HT6	0.28	0.44	0.50	0.15	5.00	1.00	0.51	0	0.148
HT7	0.28	0.39	0.50	0.17	2.50	1.50	0.42	0	0.097
HT8	0.28	0.39	0.49	0.15	3.50	0.50	0.26	0	0.066

Table 5 Calculated chemical composition of the matrix (ferrite phase) and volume percent of precipitated carbides in each specimen tempered at 520°C

Steel	Chemical compositions of the matrix (mass%)							Precipitated carbides(vol%)			
	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	V	$M_{23}C_6$	VC	M_6C	M_7C_3
HT1	0.00	0.99	0.30	0.16	9.89	1.19	0.38	5.703	0.043	0	0
HT2	0.00	1.09	0.32	0.19	6.63	0.14	0.18	5.669	0.041	0	0
HT3	0.00	1.05	0.33	0.18	6.33	0.13	0.18	5.811	0.040	0	0
HT4	0.00	0.43	0.51	0.17	4.74	0.04	0.23	5.681	0.042	0	0
HT5	0.00	0.41	0.53	0.16	2.82	0.41	0.22	4.837	0.022	1.541	0
HT6	0.00	0.46	0.52	0.16	2.37	0.10	0.19	4.795	0.340	0	0
HT7	0.00	0.40	0.51	0.18	0.89	0.21	0.03	3.582	0.682	0.729	0
HT8	0.00	0.41	0.47	0.16	1.31	0.02	0.02	3.172	0.365	0	0.939

・焼なまし状態から焼入れ後までの予測変寸率=

$$(0.260 + 0.035\text{Si}_y - 0.014\text{Cr}_y - 0.047\text{Mo}_y - 0.260\text{V}_y + 0.001 (\text{一次M}_7\text{C}_3)) \times (1 - \gamma_R (\text{As Q.}) / 100) \dots (4) \quad (\text{補正R}^2: 1.00)$$

の γ 相中の合金成分量 (mass%)、一次 M_7C_3 とは1030℃加熱時の残存一次炭化物 M_7C_3 の量 (vol%)を表す。予測式にはSi、Cr、Mo、Vおよび一次炭化物量の影響が大きく現れ、かつ、Cr、Mo、Vは収縮 (係数の符号は-)、Siおよび一次炭化物量は膨張 (係数の符号は+) に寄与していた。Cr、Mo、Vは M_s 点を下げて軟質な γ_R を増大させる効果がある。その γ_R が優先的に変形することで膨張を緩和する効果が生じ、収縮の寄与となったと考えられる。一方、一次炭化物 M_7C_3 は長さ方向に配向しており、これが熱収縮を抑制する作用を持つことで、膨張の寄与となったと考えられる。Siは一次炭化物の晶出を促すため、膨張の寄与となったと考えられる。なお、焼なまし状態の析出炭化物量の影響は現れなかった。これはマルテンサイト化による基地の変寸に比べて寄与が小さかったためと考えられる。またマルテンサイトの膨張に寄与しているCの影響が式に現れないのは、今回の供試材の平衡状態におけるC量が、いずれの鋼種もほぼ同量となっているためであると考えられる。Fig.5に、焼入れ後における変寸率の予測値と実測値の関係を示す。補正 R^2 は1.00であり、予測の精度は高かった。

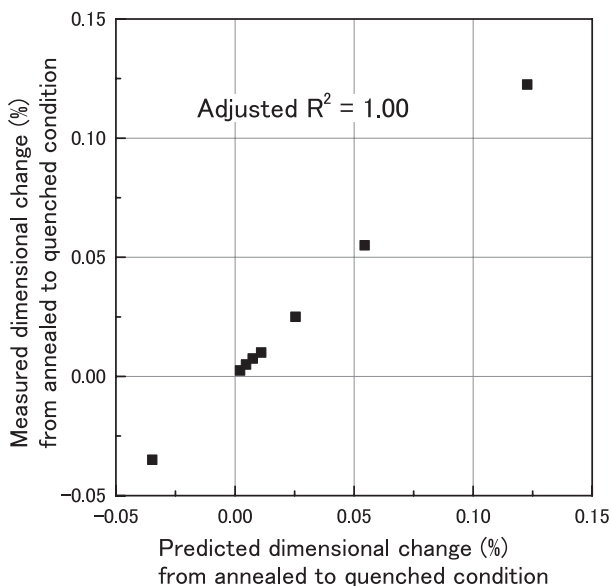


Fig.5 Relationship between measured and predicted dimensional changes from annealed to quenched condition

4-5. 焼入れ後の状態から480℃で焼戻した後の状態に変化した時の変寸率についての予測式導出

次に、焼入れ後の状態から480℃で焼戻した後の状態に変化した時の変寸率、すなわち、焼入れ後の変寸率と

480℃焼戻し後の変寸率との差についての予測式の導出を行った。焼入れ後と480℃焼戻し後の変寸率の差を目的変数とし、焼入れ時の γ 相成分および一次炭化物量を説明変数として重回帰分析を行った。結果、変寸率予測式として式(5)が得られた。予測式にはSi、Cr、Mo、VおよびVC一次炭化物量の影響が大きく現れ、かつSiは収縮 (符号-)、Cr、Mo、V、VC一次炭化物は膨張 (符号+) の寄与となった。Siはフェライト相に固溶しているCを排出し、フェライト相の収縮を促進する効果があり、収縮の寄与となったと考えられる。排出されたCは、焼戻し過程の途中で収縮に寄与するセメントイトを形成するが、Cr、Mo、Vは、セメントイトによる収縮を抑制するため、膨張の寄与となったと考えられる。また一次炭化物も、基地の収縮を抑制するため、膨張の寄与となったと考えられる。Fig.6に、焼入れ後の状態から480℃で焼戻した後の状態に変化した時の変寸率についての予測値と実測値の関係を示す。補正 R^2 は0.99であり、予測式の精度は高かった。

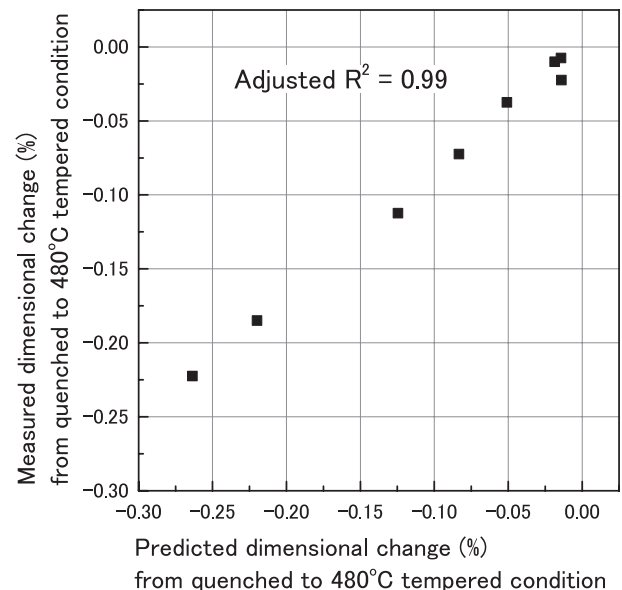


Fig.6 Relationship between measured and predicted dimensional changes from quenched to 480°C tempered condition

4-6. 480℃で焼戻した後の状態から520℃で焼戻した後の状態に変化した時の変寸率についての予測式導出

続いて、480℃で焼戻した後の状態から520℃で焼戻した後の状態に変化した時の変寸率、すなわち、480℃焼戻し後の変寸率と520℃焼戻し後の変寸率との差についての予測式の導出を行った。480℃焼戻し後の変寸率と

- ・焼入れ後の状態から480℃で焼戻しした後の状態に変化した時の予測変寸率=
 $(-0.423 - 0.015\text{Si}_\gamma + 0.028\text{Cr}_\gamma + 0.026\text{Mo}_\gamma + 0.289\text{V}_\gamma + 0.001 (\text{一次M}_7\text{C}_3)) \times (1 - \gamma_R (\text{As Q.}) / 100)$
 … (5) (補正R²:0.99)
- ・480℃で焼戻しした後の状態から520℃で焼戻しした後の状態に変化した時の予測変寸率=
 $(0.064 - 0.014\text{Si}_\alpha - 0.001\text{Cr}_\alpha + 0.008 (\text{二次M}_6\text{C}) - 0.016 (\text{二次M}_7\text{C}_3)) \times (1 - \gamma_R (\text{at } 520^\circ\text{C}) / 100)$
 … (6) (補正R²:0.80)

520℃焼戻し後の変寸率の差を目的変数とし、520℃焼戻し時のα相成分および二次炭化物量を説明変数として重回帰分析を行った。結果、変寸率予測式として式(6)が得られた。ここで式中のM_α (M=Si, Cr, Mo) は520℃加熱時のα相成分量 (mass%) を表す。また、二次M₆Cおよび二次M₇C₃は、520℃加熱時の二次炭化物M₆CおよびM₇C₃の量 (vol%) を表す。予測式には、Si、Crおよび二次炭化物M₆C、M₇C₃の影響が大きく現れ、かつ、Si、Cr、M₇C₃は収縮、M₆Cは膨張の寄与となった。二次炭化物の内、M₇C₃は結晶格子が小さい⁷⁾ため収縮に寄与し、M₆Cは結晶格子が大きい⁷⁾ため膨張に寄与したと考えられる。Siは二次炭化物M₆CおよびM₇C₃のいずれの析出も促進する効果があるが、M₇C₃析出をより促進する傾向があるため、収縮の寄与となったと考えられる。Crも同様に、主にM₇C₃析出に寄与するため収縮に寄与したと考えられる。Fig.7に、480℃で焼戻しした後の状態から520℃で焼戻しした後の状態に変化した時の変寸率の予測値と実測値の関係を示す。補正R²は0.80であり、予測式の精度は高かった。

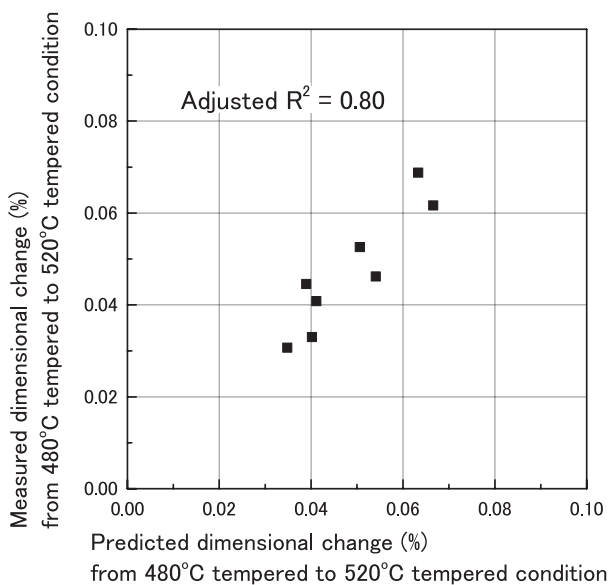


Fig.7 Relationship between measured and predicted dimensional changes from 480℃ tempered to 520℃ tempered condition

4-7. 焼なまし状態から520℃焼戻しまでの変寸率予測式の導出

最後に本研究の主目的である1030℃焼入れ、520℃焼戻し後の変寸率の予測式を導出した。上記の式(4)～(6)を総合すると、焼なまし状態から520℃焼戻し後までの変寸率予測式として、式(7)が得られた。Fig.8に、予測変寸率と実測変寸率の関係を示す。補正R²は0.96であり、高い精度での予測が可能であることが分かった。⁵⁾

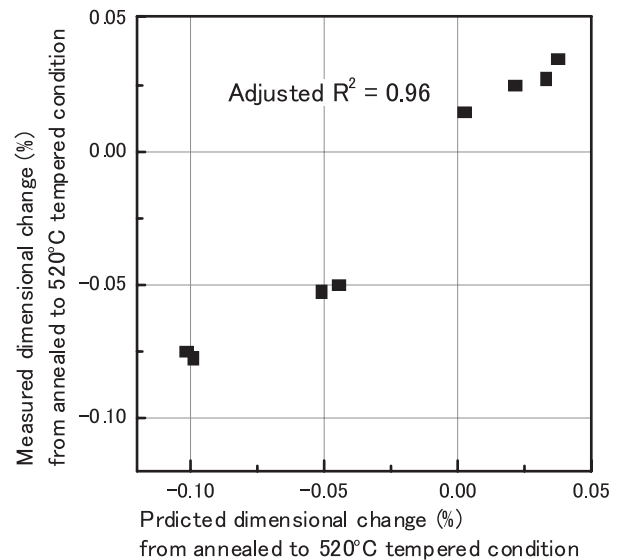


Fig.8 Relationship between measured and predicted dimensional changes from annealed to 520℃ tempered condition

5.まとめ

平衡状態の基地の合金成分量および析出炭化物量を熱力学平衡計算ソフトThermo-Calc®により計算し、その計算値を用いて焼入れ焼戻し後の変寸率を予測した。その結果、バルク成分からThermo-Calc®により計算される値に基づく予測式(7)により、精度良く変寸率を予測することが可能となった。また、焼入れ焼戻しによる変寸には、焼入れ時のオーステナイト相成分、一次炭化物、焼戻し時のフェライト相成分、二次炭化物、および残留オーステナイトが関与していることが示された。但し、一部仮定を含んだ状態で予測式導出を実施しており、より正確な状態を予測す

$$\begin{aligned}
 & \cdot 520^\circ\text{C 焼戻し後の予測変寸率 (=式 (4) +式 (5) +式 (6)) = \\
 & (-0.163 + 0.020\text{Si}_\gamma + 0.014\text{Cr}_\gamma - 0.021\text{Mo}_\gamma - 0.029\text{V}_\gamma + 0.002 (\text{一次M}_7\text{C}_3)) \times (1 - \gamma_{\text{R (as Q)}} / 100) \\
 & + (0.064 - 0.014\text{Si}_\alpha - 0.001\text{Cr}_\alpha + 0.008 (\text{二次M}_6\text{C}) - 0.016 (\text{二次M}_7\text{C}_3)) \times (1 - \gamma_{\text{R (at 520}^\circ\text{C)}} / 100) \\
 & \dots (7) (\text{補正R}^2: 0.96)
 \end{aligned}$$

るには更なる予測式の洗練化が必要であると考えられ、今後の課題である。

参考文献

- 1) 西田純一:素形材, Vol.55 (2014) 2, p.29
- 2) 清水崇行、井上幸一郎:電気製鋼, Vol.78 (2007) 4, p.289
- 3) 利岡靖継:鉄と鋼, Vol.62 (1976) 13, p.1756
- 4) 有本亨三:熱処理, Vol.51 (2011) 4, p.212
- 5) 前田雅人、中間一夫:CAMP-ISIJ, Vol.29 (2016) 796, CD-ROM
- 6) 柴田浩司:熱処理, Vol.32 (1992) 1, p.2
- 7) 佐藤知雄:日本金属学会会報, Vol. 7 (1968) 7, p.363

■ 著者



前田 雅人