

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2015 年 12 月 3 日(03.12.2015)



(10) 国際公開番号
WO 2015/182586 A1

- (51) 国際特許分類:
C22C 38/00 (2006.01) *C21D 9/00* (2006.01)
C21D 6/00 (2006.01) *C22C 38/60* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/065043
- (22) 国際出願日: 2015 年 5 月 26 日(26.05.2015)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2014-110036 2014 年 5 月 28 日(28.05.2014) JP
- (71) 出願人: 日立金属株式会社(HITACHI METALS, LTD.) [JP/JP]; 〒1058614 東京都港区芝浦一丁目 2 番 1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 中野 洋佑(NAKANO Yousuke); 〒6928601 島根県安来市安来町 2 1 0 7 番地 2 日立金属株式会社 冶金研究所内 Shimane (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN,

CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーロピア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

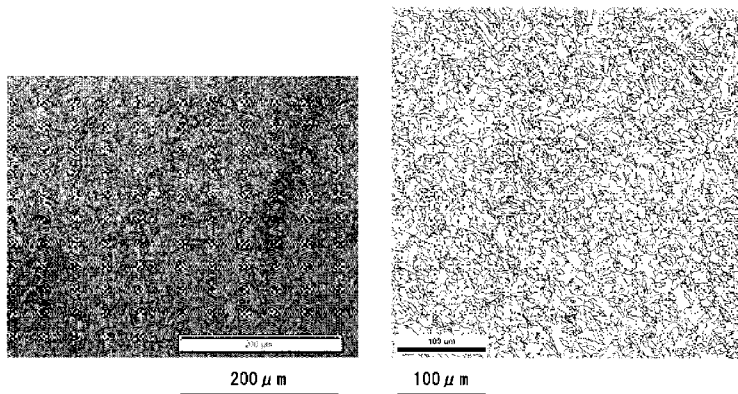
添付公開書類:

- 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: HOT WORK TOOL MATERIAL AND METHOD FOR MANUFACTURING HOT WORK TOOL

(54) 発明の名称: 熱間工具材料および熱間工具の製造方法

[図1]



(a) 光学顕微鏡写真
AA

(b) 結晶粒界図
BB

AA... OPTICAL MICROSCOPE IMAGE
BB... CRYSTAL GRAIN BOUNDARY VIEW

(57) Abstract: Provided are a hot work tool material having an annealed structure effective for producing a finer quenched and tempered structure when made into a hot work tool, and a method for manufacturing a hot work tool. A hot work tool material which has an annealed structure and which is used upon being quenched and tempered, wherein the hot work tool material has a component composition that can be adjusted to a martensite structure by the aforementioned quenching, and ferrite crystal grains in a cross-section of the annealed structure of the hot work tool material have, in an over-size cumulative distribution based on the cross-sectional area of the ferrite crystal grains, a grain diameter distribution such that the grain diameter is 25 μm or less as a circle equivalent diameter when the cumulative cross-sectional area is 90% of the total cross-sectional area. In addition, a method for manufacturing a hot work tool in which quenching and tempering is performed on the aforementioned hot work tool material.

(57) 要約:

[続葉有]



WO 2015/182586 A1



熱間工具としたときの焼入れ焼戻し組織の微細化に有効な焼鈍組織を有した熱間工具材料と、熱間工具の製造方法を提供する。焼鈍組織を有し、焼入れ焼戻しされて使用される熱間工具材料において、この熱間工具材料は、上記の焼入れによってマルテンサイト組織に調整できる成分組成を有し、この熱間工具材料の焼鈍組織の断面中のフェライト結晶粒は、フェライト結晶粒の断面積を基準としたオーバーサイズの累積分布において、累積断面積が全断面積の90%のときの粒径が円相当径で $25\text{ }\mu\text{m}$ 以下の粒径分布を有する熱間工具材料である。そして、上記の熱間工具材料に、焼入れ焼戻しを行う熱間工具の製造方法である。

明 細 書

発明の名称：熱間工具材料および熱間工具の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、プレス金型や鍛造金型、ダイカスト金型、押出工具といった多種の熱間工具に最適な熱間工具材料と、それを用いた熱間工具の製造方法に関するものである。

背景技術

[0002] 熱間工具は、高温の被加工材や硬質な被加工材と接触しながら使用されるため、衝撃に耐え得る靱性を備えている必要がある。そして、従来、熱間工具材料には、例えばJIS鋼種であるSKD61系の合金工具鋼が用いられていた。また、最近の更なる靱性向上の要求に応じて、SKD61系の合金工具鋼の成分組成を改良した合金工具鋼が提案されている（特許文献1～3）。

[0003] 熱間工具材料は、通常、硬さの低い焼鈍状態で、熱間工具の作製メーカー側に供給される。そして、作製メーカー側に供給された熱間工具材料は、熱間工具の形状に機械加工された後に、焼入れ焼戻しによって所定の使用硬さに調整される。また、この使用硬さに調整された後に、仕上げの機械加工を行うことが一般的である。場合によっては、焼鈍状態の熱間工具材料に、先に焼入れ焼戻しを行ってから、上記の仕上げの機械加工も合わせて、熱間工具の形状に機械加工されることもある。焼入れとは、焼鈍状態の熱間工具材料を（または、この熱間工具材料が機械加工された後の熱間工具材料を）オーステナイト温度域にまで加熱し、これを急冷することで、組織をマルテンサイト変態させる作業である。よって、熱間工具材料の成分組成は、焼入れによってマルテンサイト組織に調整できるものとなっている。

[0004] ところで、熱間工具の靱性は、マルテンサイト変態後の熱間工具の組織を微細にすることで向上できることが知られている。具体的には、熱間工具の組織中に確認される旧オーステナイト粒径を微細にすることである。そして

、この旧オーステナイト粒径を微細にする手法として、焼入れ前の熱間工具材料の時点で、その焼鈍組織を操作しておくことが有効であり、例えば、焼鈍組織を「10000倍で観察した時、100 μm^2 中に円相当径0.1～0.5 μm の炭化物個数が300個以上形成されている炭化物が密な領域Aと、該領域Aに対して、100 μm^2 中に円相当径0.1～0.5 μm の炭化物個数が100個以上少ない炭化物が疎な領域Bとが混在する金属組織」とする手法が提案されている（特許文献4）。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開平2－179848号公報

特許文献2：特開2000－328196号公報

特許文献3：国際公開第2008／032816号パンフレット

特許文献4：特開2007－056289号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] 特許文献4は、熱間工具の組織の微細化に有効な手法である。特許文献4の熱間工具材料を焼入れすれば、熱間工具の組織中の旧オーステナイト粒径をJIS-G-0551（ASTM-E112）に準拠した粒度番号でNo.9.0（平均粒径で18 μm 程度）にまで細粒化できる（粒度番号が大きくなる程、粒径は小さくなる）。但し、この細粒化の達成のためには、焼入れ前の金属組織において、複雑な炭化物分布を有した焼鈍組織への調整を要する。

[0007] 本発明の目的は、焼鈍組織中の炭化物分布とは別の因子を調整することで、熱間工具としたときの組織の微細化に有効な焼鈍組織を有した熱間工具材料と、熱間工具の製造方法を提供することである。

課題を解決するための手段

[0008] 本発明は、焼鈍組織を有し、焼入れ焼戻しされて使用される熱間工具材料

において、この熱間工具材料は、上記の焼入れによってマルテンサイト組織に調整できる成分組成を有し、この熱間工具材料の焼鈍組織の断面中のフェライト結晶粒は、フェライト結晶粒の断面積を基準としたオーバサイズの累積分布において、累積断面積が全断面積の90%のときの粒径が円相当径で $25\mu\text{m}$ 以下の粒径分布を有する熱間工具材料である。

[0009] そして、本発明は、上記した本発明の熱間工具材料に、焼入れ焼戻しを行う熱間工具の製造方法である。好ましくは、本発明の熱間工具材料に焼入れ焼戻しを行って、熱間工具の組織中の旧オーステナイト粒径をJIS-G-0551に準拠した粒度番号でNo. 9.0以上にする熱間工具の製造方法である。

発明の効果

[0010] 本発明によれば、熱間工具の組織中に確認される旧オーステナイト粒径を微細にすることができる。

図面の簡単な説明

[0011] [図1]本発明例の熱間工具材料Aの断面組織の光学顕微鏡写真(a)と、電子線後方散乱回折(以下、EBSDと記す。)で得られた結晶粒界図(b)である。

[図2]比較例の熱間工具材料Bの断面組織の光学顕微鏡写真(a)と、EBSDで得られた結晶粒界図(b)である。

[図3]熱間工具材料A、Bの断面組織に分布するフェライト結晶粒の粒径分布を示す図である。

[図4]本発明例の熱間工具材料Cの断面組織の光学顕微鏡写真(a)と、EBSDで得られた結晶粒界図(b)である。

[図5]比較例の熱間工具材料Dの断面組織の光学顕微鏡写真(a)と、EBSDで得られた結晶粒界図(b)である。

[図6]熱間工具材料C、Dの断面組織に分布するフェライト結晶粒の粒径分布を示す図である。

発明を実施するための形態

[0012] 本発明者は、熱間工具の焼入れ焼戻し組織中にある旧オーステナイト粒径に影響を及ぼす、熱間工具材料の焼鈍組織中の因子を調査した。その結果、この因子には、焼鈍組織中の炭化物の分布状態の他に、フェライト結晶粒の分布状態があることを知見した。そして、このフェライト結晶粒を所定の粒径分布にすることで、熱間工具の焼入れ焼戻し組織中の旧オーステナイト粒径を微細にできることを見だし、本発明に到達した。以下に、本発明の各構成要件について説明する。

[0013] (1) 本発明の熱間工具材料は、焼鈍組織を有し、焼入れ焼戻しされて使用される熱間工具材料であり、上記の焼入れによってマルテンサイト組織に調整できる成分組成を有する熱間工具材料である。

焼鈍組織とは、焼鈍処理によって得られる組織のことであり、好ましくは、硬さが、例えば、ブリネル硬さで150～230HBW程度に軟化された組織である。そして、一般的には、フェライト相や、このフェライト相にパーライトやセメンタイト(Fe_3C)が混合した組織である。そして、上記のフェライト相が、焼鈍組織中の「フェライト結晶粒」を構成している。熱間工具材料の場合、例えば、SKD61系の合金工具鋼のように、上記のフェライト結晶粒の粒内や粒界には、Cr、Mo、W、V等の炭化物が存在しているものもある。本発明においては、パーライトやセメンタイトが少ない焼鈍組織であることが好ましい。パーライトやセメンタイトは、熱間工具材料の機械加工性を少なからず劣化させ得る。

従って、本発明の熱間工具材料は、例えば、その断面組織中の80面積%以上がフェライト結晶粒として確認される焼鈍組織を有していることが好ましい。より好ましくは90面積%以上である。このとき、フェライト結晶粒の粒内や粒界に存在する上記のCr、Mo、W、V等の炭化物は、パーライトやセメンタイト等に比して、機械加工性への影響が小さく、フェライト結晶粒の面積に含めるものとする。

[0014] 焼鈍組織を有した熱間工具材料は、通常、鋼塊または鋼塊を分塊加工した鋼片でなる素材を出発材料として、これに様々な熱間加工や熱処理を行って

所定の鋼材とし、この鋼材に焼鈍処理を施して、ブロック形状に仕上げられる。そして、従来、熱間工具材料に、焼入れ焼戻しによってマルテンサイト組織を発現する素材が用いられていることは、上述の通りである。マルテンサイト組織は、各種の熱間工具の絶対的な靱性を基礎付ける上で必要な組織である。このような熱間工具材料の素材として、例えば各種の熱間工具鋼が代表的である。熱間工具鋼は、その表面温度が概ね200℃以上に昇温される環境下で使用されるものである。そして、熱間工具鋼の成分組成には、例えば、JIS-G-4404の「合金工具鋼鋼材」にある規格鋼種や、その他に提案されているものを代表的に適用できる。また、上記の熱間工具鋼に規定される以外の元素種も、必要に応じて添加が可能である。

[0015] そして、本発明の熱間工具組織の微細化効果は、焼鈍組織が焼入れ焼戻しされてマルテンサイト組織を発現する素材であるならば、この焼鈍組織が後述する(2)の要件を満たすことで、達成が可能である。従って、本発明の熱間工具組織の微細化効果の達成のために、素材の成分組成を特定する必要はない。

但し、熱間工具の絶対的な機械的特性を基礎付ける上で、例えば、マルテンサイト組織を発現する成分組成として、質量%で、C:0.30~0.50%、Cr:3.00~6.00%を含む熱間工具鋼の成分組成を有することが好ましい。また、さらに、熱間工具の絶対的な靱性を向上させる上で、V:0.10~1.50%を含む熱間工具鋼の成分組成を有することが好ましい。そして、一具体例としては、C:0.30~0.50%、Si:2.00%以下、Mn:1.50%以下、P:0.0500%以下、S:0.0500%以下、Cr:3.00~6.00%、 $(Mo + 1/2W)$ の関係式によるMoおよびWのうちの1種または2種:0.50~3.50%、V:0.10~1.50%、残部Feおよび不純物の成分組成を有することが好ましい。

[0016] ・C:0.30~0.50質量% (以下、単に「%」と表記)

Cは、一部が基地中に固溶して強度を付与し、一部は炭化物を形成するこ

とで耐摩耗性や耐焼付き性を高める、熱間工具材料の基本元素である。また、侵入型原子として固溶したCは、CrなどのCと親和性の大きい置換型原子と共に添加した場合に、I（侵入型原子）－S（置換型原子）効果（溶質原子の引きずり抵抗として作用し、熱間工具を高強度化する作用）も期待される。但し、過度の添加は靱性や熱間強度の低下を招く。よって、0.30～0.50%とすることが好ましい。より好ましくは0.34%以上である。また、より好ましくは0.40%以下である。

[0017] ・Si：2.00%以下

Siは、製鋼時の脱酸剤であるが、多過ぎると焼入れ焼戻し後の工具組織中にフェライトの生成を招く。よって、2.00%以下とすることが好ましい。より好ましくは1.00%以下である。さらに好ましくは0.50%以下である。一方、Siには、材料の被削性を高める効果がある。この効果を得るためには、0.20%以上の添加が好ましい。より好ましくは0.30%以上である。

[0018] ・Mn：1.50%以下

Mnは、多過ぎると基地の粘さを上げて、材料の被削性を低下させる。よって、1.50%以下とすることが好ましい。より好ましくは1.00%以下である。さらに好ましくは0.75%以下である。一方、Mnには、焼入性を高め、工具組織中のフェライトの生成を抑制し、適度の焼入れ焼戻し硬さを得る効果がある。また、非金属介在物のMnSとして存在することで、被削性の向上に大きな効果がある。これらの効果を得るためには、0.10%以上の添加が好ましい。より好ましくは0.25%以上である。さらに好ましくは0.45%以上である。

[0019] ・P：0.0500%以下

Pは、通常、添加しなくても、各種の熱間工具材料に不可避免的に含まれる元素である。そして、焼戻しなどの熱処理時に旧オーステナイト粒界に偏析して粒界を脆化させる元素である。したがって、熱間工具の靱性を向上するためには、添加する場合も含めて、0.0500%以下に規制することが

好ましい。

[0020] ・ S : 0.0500%以下

Sは、通常、添加しなくても、各種の熱間工具材料に不可避免的に含まれる元素である。そして、熱間加工前の素材時において熱間加工性を劣化させ、熱間加工中の素材に割れを生じさせる元素である。したがって、上記の熱間加工性を向上するためには、0.0500%以下に規制することが好ましい。一方、Sには、上述のMnと結合して、非金属介在物のMnSとして存在することで、被削性を向上する効果がある。この効果を得るためには、0.0300%以上の添加が好ましい。

[0021] ・ Cr : 3.00~6.00%

Crは、焼入性を高め、また炭化物を形成して、基地の強化や耐摩耗性、靱性の向上に効果を有する熱間工具材料の基本元素である。但し、過度の添加は、焼入性や高温強度の低下を招く。よって、3.00~6.00%とすることが好ましい。そして、より好ましくは5.50%以下である。さらに好ましくは5.00%以下である。特に好ましくは4.50%以下である。また、より好ましくは3.50%以上である。本発明では、熱間工具組織の微細化による靱性向上の効果を得ているので、その効果分のCrを下げることも可能である。この場合、例えば、Crを5.00%以下とすることで、さらには4.50%以下とすることで、熱間工具の高温強度の更なる向上を達成することができる。

[0022] ・ $(Mo + 1/2W)$ の関係式によるMoおよびWのうちの1種または2種 : 0.50~3.50%

MoおよびWは、焼戻しにより微細炭化物を析出または凝集させて強度を付与し、軟化抵抗を向上させるために単独または複合で添加できる。この際の添加量は、WがMoの約2倍の原子量であることから、 $(Mo + 1/2W)$ の関係式で定義されるMo当量と一緒に規定できる（当然、いずれか一方のみの添加としても良いし、双方を共に添加することもできる）。そして、上記の効果を得るためには、 $(Mo + 1/2W)$ の関係式による値で、0.

50%以上の添加が好ましい。より好ましくは1.50%以上である。さらに好ましくは2.00%以上である。但し、多過ぎると被削性や靱性の低下を招くので、 $(Mo + 1/2W)$ の関係式による値で、3.50%以下が好ましい。より好ましくは3.00%以下である。さらに好ましくは2.50%以下である。

[0023] ・V : 0.10～1.50%

Vは、炭化物を形成して、基地の強化や耐摩耗性、焼戻し軟化抵抗を向上する効果を有する。そして、焼鈍組織中に分布したVの炭化物は、焼入れ加熱時のオーステナイト結晶粒の粗大化を抑制する“ピン止め粒子”として働き、靱性の向上に寄与する。これらの効果を得るためには0.10%以上の添加が好ましい。そして、本発明においては、熱間工具組織の微細化を更に進める上で、Vを添加することが好ましい。より好ましくは0.30%以上である。さらに好ましくは0.50%以上である。但し、多過ぎると被削性や、炭化物自身の増加による靱性の低下を招くので、1.50%以下とするのが好ましい。より好ましくは1.00%以下である。さらに好ましくは0.80%未満である。

[0024] そして、上記元素種の他には、下記元素種の含有も可能である。

・Ni : 0～1.00%

Niは、基地の粘さを上げて被削性を低下させる元素である。よって、Niの含有量は1.00%以下とすることが好ましい。より好ましくは0.50%未満、さらに好ましくは0.30%未満である。一方、Niは、工具組織中のフェライトの生成を抑制する元素である。また、C、Cr、Mn、Mo、Wなどとともにより工具材料に優れた焼入性を付与し、焼入時の冷却速度が緩やかな場合でもマルテンサイト主体の組織を形成して、靱性の低下を防ぐための効果的要素である。さらに、基地の本質的な靱性も改善するので、本発明では必要に応じて添加してもよい。添加する場合、0.10%以上の添加が好ましい。

[0025] ・Co : 0～1.00%

C_oは、靱性を低下させるので、1.00%以下とするのが好ましい。一方、C_oは、熱間工具の使用において、その昇温時の表面に極めて緻密で密着性の良い保護酸化皮膜を形成する。この酸化皮膜は、相手材との間の金属接触を防ぎ、工具表面の温度上昇を抑制するとともに、優れた耐摩耗性をもたらす。よって、C_oは、必要に応じて添加してもよい。添加する場合、0.30%以上の添加が好ましい。

[0026] ・Nb: 0~0.30%

Nbは、被削性の低下を招くので、0.30%以下とするのが好ましい。一方、Nbは、炭化物を形成し、基地の強化や耐摩耗性を向上する効果を有する。また、焼戻し軟化抵抗を高めるとともに、Vと同様、結晶粒の粗大化を抑制し、靱性の向上に寄与する効果を有する。よって、Nbは、必要に応じて添加してもよい。添加する場合、0.01%以上の添加が好ましい。

[0027] Cu、Al、Ca、Mg、O（酸素）、N（窒素）は、不可避免の不純物として鋼中に残留する可能性のある元素である。本発明において、これら元素はできるだけ低い方が好ましい。しかし一方で、介在物の形態制御や、その他の機械的特性、そして製造効率の向上といった付加的な作用効果を得るために、少量を含有してもよい。この場合、 $Cu \leq 0.25\%$ 、 $Al \leq 0.040\%$ 、 $Ca \leq 0.0100\%$ 、 $Mg \leq 0.0100\%$ 、 $O \leq 0.0100\%$ 、 $N \leq 0.0300\%$ の範囲であれば十分に許容でき、本発明の好ましい規制上限である。Alについて、より好ましくは0.025%以下である。

[0028] (2) 本発明の熱間工具材料は、焼鈍組織の断面中のフェライト結晶粒が、フェライト結晶粒の断面積を基準としたオーバサイズの累積分布において、累積断面積が全断面積の90%のときの粒径が円相当径で $25\mu m$ 以下の粒径分布を有するものである。

本発明者は、焼鈍組織を有する熱間工具材料が焼入れ温度（オーステナイト温度域）に加熱され、急冷されるという、一連の焼入れ工程において、焼鈍組織からマルテンサイト組織が生成されていくまでの挙動を確認した。まず、熱間工具材料が焼入れ温度に向けて加熱されていく過程で、温度が A_1 点

に達したときから、焼鈍組織中のフェライト結晶粒の粒界に優先的に「新たなオーステナイト結晶粒」が析出し始める。次に、熱間工具材料が焼入れ温度に到達して、所定時間保持される過程で、焼鈍組織の全ては、実質、新たなオーステナイト結晶粒と入れ替わる。そして、焼入れ温度に保持された後の熱間工具材料を冷却することで、金属組織がマルテンサイト変態して、上記の新たなオーステナイト結晶粒の粒界が「旧オーステナイト粒界」として確認されるマルテンサイト組織となり、焼入れが完了する。この旧オーステナイト粒界で形成される「旧オーステナイト粒径」の分布状況（粒径の値）は、次に焼戻しされた後の金属組織（つまり、完成された熱間工具の組織）においても、実質的に、維持されている。

- [0029] したがって、熱間工具の組織を微細にするには、つまり、組織中の旧オーステナイト粒径を小さくするには、上記の焼入れ工程において、フェライト結晶粒の粒界に析出する新たなオーステナイト結晶粒を微細に維持すればよい。そして、そのためには、新たなオーステナイト結晶粒が析出した後において、それが大きく成長しないように抑制すればよい。そこで、本発明者は、鋭意研究の結果、焼入れ加熱前の時点で、熱間工具材料の焼鈍組織のフェライト結晶粒を微細に整えておけば、上記の焼入れ工程において、新たなオーステナイト結晶粒の成長を抑制できることを見いだした。つまり、この原理は、焼入れ加熱前の焼鈍組織中のフェライト結晶粒を微細にしておくことで、フェライト結晶粒の粒界密度を大きくしておくことによる。フェライト結晶粒の粒界密度を大きくしておくこと、焼入れ加熱時にオーステナイト結晶粒が析出する粒界（析出サイト）が多く、かつ、密になる。そして、このことによって、多く、かつ、密に析出したオーステナイト結晶粒は、それら同士の距離が十分に近いことから、お互いの成長を抑制し合う。その結果、焼入れ温度に保持された後の熱間工具材料を冷却するときには、上記のオーステナイト結晶粒は微細なままの状態で冷却されるので、焼入れ後の組織中に確認される旧オーステナイト粒径は細かく、微細な組織を得ることができる。

[0030] そして、本発明者は、熱間工具材料の焼鈍組織中のフェライト結晶粒の微細化について、更に検討を重ねた。その結果、この焼鈍組織の断面中のフェライト結晶粒の粒径を、フェライト結晶粒の断面積を基準としたオーバサイズの累積分布において、累積断面積が全断面積の90%のときの円相当径による粒径で、25 μm 以下の粒径分布になるまで微細化することで、上記の析出サイトを十分に多く、かつ、密にできることを知見した。好ましくは20 μm 以下の粒径分布である。そして、このことによって、焼入れ後の組織中の旧オーステナイト粒径を、No. 9.0の粒度番号に止まらず、No. 10.0（平均粒径で13 μm 程度）といった、No. 9.0を超える粒度番号にまで細粒化できることを突きとめた。そして、この微細化された旧オーステナイト粒径は、次の焼戻し後においても、実質的に維持されることを確認した。

[0031] ここで、本発明がフェライト結晶粒の粒径の評価に用いる、上述の「粒径分布」の測定手法について説明する。まず、熱間工具材料の断面組織を顕微鏡観察して、この断面にあるフェライト結晶粒の集合体から個々のフェライト結晶粒を識別する必要がある。この識別方法には、例えばEBSD（電子線後方散乱回折分析）を利用することができる。EBSDとは、結晶性試料の方位解析を行う方法である。これにより、断面組織中の個々の結晶粒が“同一の方位を有する単位”として識別され、すなわち、結晶粒の結晶粒界を際立たせることができる。その結果、フェライト結晶粒の集合体を個々のフェライト結晶粒に区別することができる。図1（b）は、後述する実施例で評価した熱間工具材料Aの断面組織について、そのEBSDで得られた結晶粒界図の一例である。このとき、図1（b）は、EBSDの回折パターンを解析して、方位差15°以上の大角粒界を示したものである。そして、図1（b）において、微細な線で多数個に区切られた一つひとつの区画がフェライト結晶粒である。

[0032] 次に、結晶粒界図で得られた上記のフェライト結晶粒について、画像解析ソフトを用いて、その個々のフェライト結晶粒の粒径（断面積）を求めて、

その値を円相当径に換算する。そして、この換算で得た個々のフェライト結晶粒の円相当径を用いて、それらの存在比率による粒径分布を作成する。このとき、存在比率の基準は、結晶粒の断面積を基準とする。そして、粒径分布は、結晶粒の粒径の小さい側をゼロとした「オーバサイズ」の累積分布を採用する。つまり、本発明が評価に使用する粒径分布は、結晶粒の累積断面積（％）を縦軸とし、結晶粒の円相当径を横軸とした「右上がりの累積分布図」で表される。図3は、このオーバサイズの累積分布による粒径分布の一例である。

[0033] そして、上述の要領によってフェライト結晶粒の粒径分布を把握した上で、この粒径分布より、累積断面積が全断面積の90%のとき（いわゆる、 d_{90} ）のフェライト結晶粒の円相当径を確認する。図3の場合、上記の d_{90} の値は $19\mu\text{m}$ および $31\mu\text{m}$ である。そして、本発明の場合、この d_{90} の値が $25\mu\text{m}$ 以下であれば、焼入れ加熱時における新たなオーステナイト結晶粒の析出サイトが十分に多く、かつ、密である。そして、焼入れ焼戻し後には、既述の原理によって、旧オーステナイト粒径が、例えば、No. 9.0以上の微細な組織を安定して得ることができる。

なお、上記の d_{90} の値については、本発明の熱間工具組織の微細化効果を得る点で、小さい程よく、その下限を設定することを要しない。但し、実操業で達成が可能な値として、その下限は、例えば、 $10\mu\text{m}$ 程度である。

[0034] 通常、焼鈍組織を有した熱間工具材料は、鋼塊または鋼塊を分塊加工した鋼片でなる素材を出発材料として、これに様々な熱間加工や熱処理を行って所定の鋼材とし、この鋼材に焼鈍処理を行って仕上げられる。そして、本発明の熱間工具材料の焼鈍組織は、例えば、上記の熱間加工時の加工比を高くすることに加えて（例えば、5以上の加工比）、その熱間加工時の実加工時間を短くすること（例えば、20分以内）や、熱間加工の途中で行う再加熱の回数を減らすこと（例えば、再加熱自体を行わないこと）等を、素材の大きさに応じて適用することで、達成が可能である。そして、熱間加工後の鋼材に行う焼鈍処理は、その処理温度を、オーステナイト変態点以上か、また

は、オーステナイト変態点近傍の温度とする、通常の条件とすることができる。

[0035] (3) 本発明の熱間工具の製造方法は、上述した本発明の熱間工具材料に焼入れおよび焼戻しを行うものである。

本発明の熱間工具材料に焼入れを行うことで、そのマルテンサイト変態後の焼入れ組織中の旧オーステナイト結晶粒の粒径を小さくすることができる。そして、この旧オーステナイト結晶粒の粒径は、次の焼戻し後においても、実質的に維持される。よって、本発明の熱間工具材料に焼入れ焼戻しを行うことで、熱間工具の靱性を向上させることができる。靱性の向上の程度については、例えば、L方向、2mmUノッチの条件によるシャルピー衝撃試験で、50 (J/cm²) 以上のシャルピー衝撃値を、安定して達成することができる。

[0036] そして、旧オーステナイト結晶粒の粒径については、例えば、JIS-G-0551に準拠した粒度番号でNo. 9.0以上にするすることができる。好ましくはNo. 9.5以上である。より好ましくはNo. 10.0以上である。JIS-G-0551に準拠した粒度番号は、国際規格であるASTM-E112に準拠した粒度番号と等価で扱うことができる。

焼入れ焼戻し後の組織中の旧オーステナイト結晶粒を確認するにおいては、その確認を、焼戻し前の「焼入れ時」の組織で行うことができる。この理由は、焼入れ時の組織の場合、微細な焼戻し炭化物が析出しておらず、旧オーステナイト結晶粒の確認が容易だからである。そして、この焼入れ時における旧オーステナイト結晶粒の粒径は、焼戻し後においても維持される。

[0037] 本発明の熱間工具材料は、焼入れおよび焼戻しによって所定の硬さを有したマルテンサイト主体の組織（例えば、一部にベイナイトを含む組織を含む）に調製されて、熱間工具の製品に整えられる。そして、この間、上記の熱間工具材料は、切削や穿孔といった各種の機械加工等によって、熱間工具の形状に整えられる。この機械加工のタイミングは、焼入れ焼戻し前の、硬さが低い熱間工具材料の状態（つまり、焼鈍状態）で行うことが好ましい。こ

の場合、焼入れ焼戻し後に仕上げの機械加工を行ってもよい。また、場合によっては、この仕上げの機械加工も合わせて、焼入れ焼戻しを行った後のブリハードン状態で、上記の機械加工を一括的行ってもよい。

[0038] 焼入れおよび焼戻しの温度は、素材の成分組成や狙い硬さ等によって異なるが、焼入れ温度は概ね1000～1100℃程度、焼戻し温度は概ね500～650℃程度であることが好ましい。例えば、熱間工具鋼の代表鋼種であるSKD61の場合、焼入れ温度は1000～1030℃程度、焼戻し温度は550～650℃程度である。焼入れ焼戻し硬さは50HRC以下とすることが好ましい。より好ましくは48HRC以下である。また、40HRC以上とすることが好ましい。より好ましくは42HRC以上である。

実施例 1

[0039] 表1の成分組成を有する素材A、B（厚さ50mm×幅50mm×長さ100mm）を準備した。なお、素材A、Bは、JIS-G-4404の規格鋼種である熱間工具鋼SKD61である。次に、これらの素材を、熱間工具鋼の一般的な熱間加工温度である1000℃に加熱して、熱間加工を行った。このとき、素材Aについては、熱間加工時の加工比（断面積比）を7Sの実体鍛錬とし、素材Bについては、同加工比を3Sの実体鍛錬とした。そして、素材A、B共に、熱間加工中の再加熱は行わず、5分の実加工時間で熱間加工を終了した。そして、この熱間加工を終えた鋼材に860℃の焼鈍を行って、素材A、Bの順番に対応した、熱間工具材料A、Bを作製した（硬さ190HBW）。

[0040] [表1]

m a s s %								
C	S i	M n	P	S	C r	M o	V	F e *
0.38	1.00	0.44	0.0070	0.0030	5.23	1.21	0.88	Bal.

※不純物を含む（Cu≤0.25%、Al≤0.040%、Ca≤0.0100%、Mg≤0.0100%、O≤0.0100%、N≤0.0300%）

[0041] 焼鈍処理後の熱間工具材料A、Bの断面組織を観察した。観察した断面は

、熱間工具材料の中心部とし、その熱間加工方向（つまり、材料の長さ方向）と平行な面とした。観察は光学顕微鏡（倍率200倍）で行い、観察した断面積は 0.16 mm^2 （ $400\text{ }\mu\text{m} \times 400\text{ }\mu\text{m}$ ）とした。観察の結果、熱間工具材料A、Bの断面組織は、ほぼ全体がフェライト相で占められており、フェライト結晶粒が観察した断面の99面積%以上を占めていた。

[0042] 次に、熱間工具材料A、Bの断面組織中のフェライト結晶粒の分布状況を確認した。まず、上記の断面積が 0.16 mm^2 の断面組織について、倍率が200倍のEBSDパターンを解析して、方位差 15° 以上の大角粒界で区切られた結晶粒界図を得た。このEBSDパターンの解析には、走査型電子顕微鏡（Carl Zeiss ULTRA 55）に付属したEBSD装置（測定間隔 $1.0\text{ }\mu\text{m}$ ）を使用した。熱間工具材料Aの結晶粒界図を図1（b）に示す。熱間工具材料Bの結晶粒界図を図2（b）に示す。図1、2には、断面組織の光学顕微鏡写真（a）も示しておく（倍率は200倍）。そして、前述の要領に従って、画像解析ソフトを用いて、上記の結晶粒界図で得られた個々のフェライト結晶粒の粒径（断面積）を求めて、円相当径に換算した。そして、この円相当径によるフェライト結晶粒の粒径分布を確認した。

熱間工具材料A、Bの粒径分布を図3に示す。図3において、縦軸がフェライト結晶粒の累積断面積（%）であり、横軸がフェライト結晶粒の円相当径である。そして、図3の結果より、累積断面積が全断面積の90%（ d_{90} ）の円相当径は、熱間工具材料Aが $19\text{ }\mu\text{m}$ 、熱間工具材料Bが $31\text{ }\mu\text{m}$ であった。

[0043] そして、断面組織を観察した後の熱間工具材料A、Bに、 1030°C からの焼入れと、 630°C の焼戻しを行って（狙い硬さ43HRC）、熱間工具材料A、Bの順番に対応した、マルテンサイト組織を有した熱間工具A、Bを得た。そして、熱間工具A、Bのそれぞれについて、その中心位置であり、上記の熱間加工方向（つまり、材料の長さ方向）と平行な面の組織中の旧オーステナイト粒径を測定し、JIS-G-0551（ASTM-E112

）に準拠した粒度番号で評価した。その結果、熱間工具Bの粒度番号がNo. 8.0であったのに対して、熱間工具AのそれはNo. 10.0の細粒であった。そして、熱間工具A、Bについて、シャルピー衝撃試験（L方向、2mmUノッチ）を実施したところ、熱間工具Bの衝撃値が48 J/cm²であったのに対して、熱間工具Aの衝撃値は53 J/cm²であり、靱性が向上した。以上の結果を、表2に纏めて示しておく。

[0044] [表2]

熱間工具 材料	焼鈍組織	焼入れ焼戻し組織		備考
	フェライト粒径 d ₉₀ (μm)	旧オーステナイト 粒径 (JIS番号)	シャルピー衝撃 値 (J/cm ²)	
A	19	10.0	53	本発明例
B	31	8.0	48	比較例

実施例 2

[0045] 表3の成分組成を有する熱間工具鋼の素材C、D（厚さ50mm×幅50mm×長さ100mm）を準備した。次に、これらの素材を1000℃に加熱し、熱間加工を行った。このとき、素材Cについては、熱間加工中の再加熱は行わず、素材Dについては、途中1回の再加熱を行った。そして、素材C、D共に、熱間加工時の加工比（断面積比）は7Sの実体鍛錬とし、5分の実加工時間（再加熱時間を除く）で熱間加工を終了した。そして、この熱間加工を終えた鋼材に860℃の焼鈍を行って、素材C、Dの順番に対応した、熱間工具材料C、Dを作製した（硬さ190HBW）。

[0046] [表3]

mass%								
C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V	Fe*
0.36	0.36	0.62	0.0060	0.0023	4.10	2.38	0.72	Bal.

※不純物を含む（Cu≤0.25%、Al≤0.040%、Ca≤0.0100%、Mg≤0.0100%、O≤0.0100%、N≤0.0300%）

[0047] そして、熱間工具材料C、Dの断面組織を、実施例1と同じ要領で観察して、EBSD解析による結晶粒界図を得た。熱間工具材料Cの結晶粒界図を

図4（b）に示す。熱間工具材料Dの結晶粒界図を図5（b）に示す。図4、5には、断面組織の光学顕微鏡写真（a）も示しておく（倍率は200倍）。熱間工具材料C、Dの断面組織において、ほぼ全体がフェライト相で占められており、フェライト結晶粒が観察した断面の99面積%以上を占めていた。そして、熱間工具材料C、Dのフェライト結晶粒の粒径分布を図6に示す。図6の結果より、累積断面積が全断面積の90%（ d_{90} ）の円相当径は、熱間工具材料Cが22 μm 、熱間工具材料Dが44 μm であった。

[0048] そして、断面組織を観察した後の熱間工具材料C、Dに、1030℃からの焼入れと、650℃の焼戻しを行って（狙い硬さ43HRC）、熱間工具材料C、Dの順番に対応した、マルテンサイト組織を有した熱間工具C、Dを得た。そして、熱間工具C、Dのそれぞれについて、その中心位置であり、上記の熱間加工方向（つまり、材料の長さ方向）と平行な面の組織中の旧オーステナイト粒径を測定し、JIS-G-0551（ASTM-E112）に準拠した粒度番号で評価した。その結果、熱間工具Dの粒度番号がNo. 6.5であったのに対して、熱間工具CのそれはNo. 10.0の細粒であった。そして、熱間工具C、Dについて、シャルピー衝撃試験（L方向、2mmUノッチ）を実施したところ、熱間工具Dの衝撃値が47 J/cm²であったのに対して、熱間工具Cの衝撃値は51 J/cm²であり、靱性が向上した。以上の結果を、表4に纏めて示しておく。

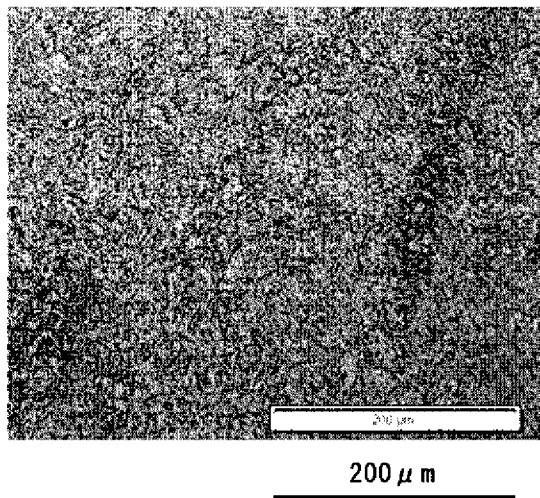
[0049] [表4]

熱間工具 材料	焼鈍組織	焼入れ焼戻し組織		備考
	フェライト粒径 d_{90} (μm)	旧オーステナイト 粒径 (JIS番号)	シャルピー衝撃 値 (J/cm ²)	
C	22	10.0	51	本発明例
D	44	6.5	47	比較例

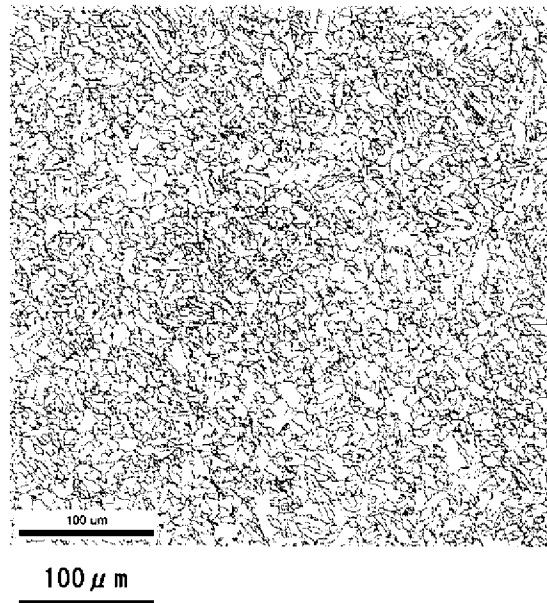
請求の範囲

- [請求項1] 焼鈍組織を有し、焼入れ焼戻しされて使用される熱間工具材料において、
前記熱間工具材料は、前記焼入れによってマルテンサイト組織に調整できる成分組成を有し、
前記焼鈍組織の断面中のフェライト結晶粒は、該フェライト結晶粒の断面積を基準としたオーバサイズの累積分布において、累積断面積が全断面積の90%のときの粒径が円相当径で $25\mu\text{m}$ 以下の粒径分布を有することを特徴とする熱間工具材料。
- [請求項2] 請求項1に記載の熱間工具材料に、焼入れ焼戻しを行うことを特徴とする熱間工具の製造方法。
- [請求項3] 前記焼入れ焼戻しを行って、熱間工具の組織中の旧オーステナイト粒径をJIS-G-0551に準拠した粒度番号でNo. 9.0以上にすることを特徴とする請求項2に記載の熱間工具の製造方法。

[図1]

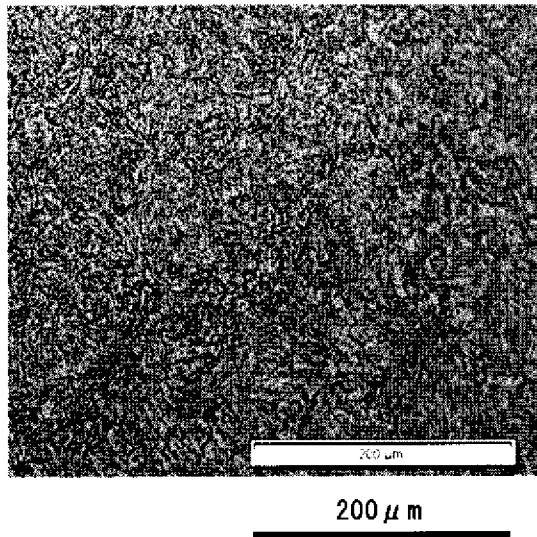


(a) 光学顕微鏡写真

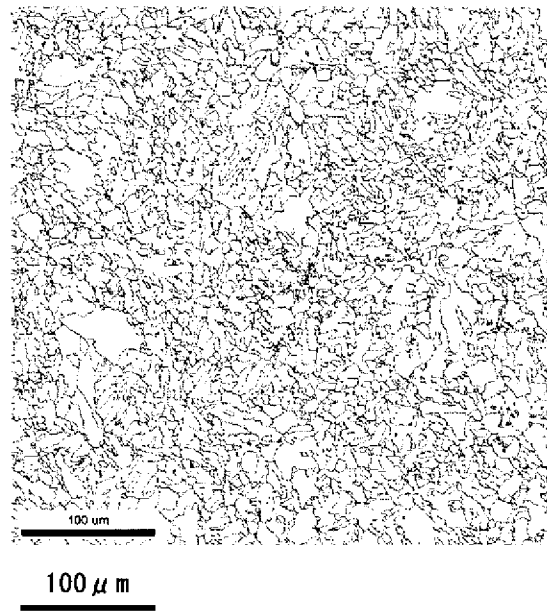


(b) 結晶粒界図

[図2]

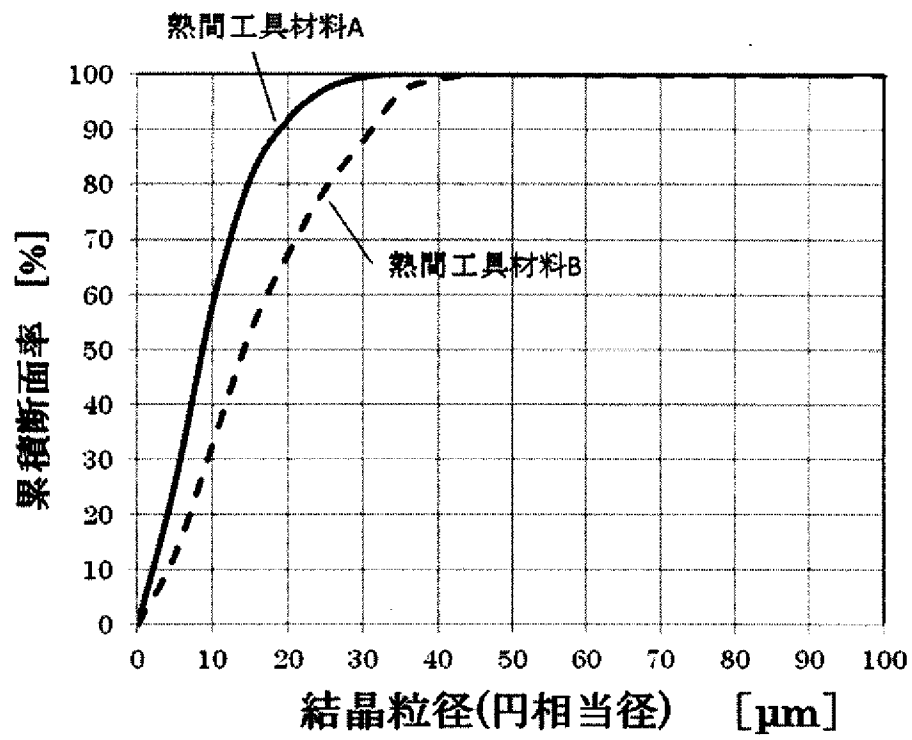


(a) 光学顕微鏡写真

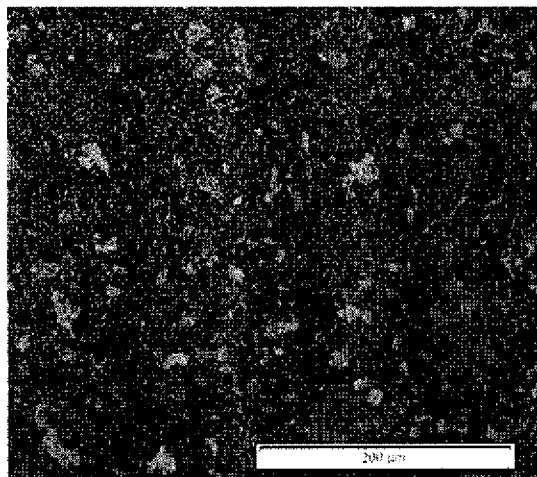


(b) 結晶粒界図

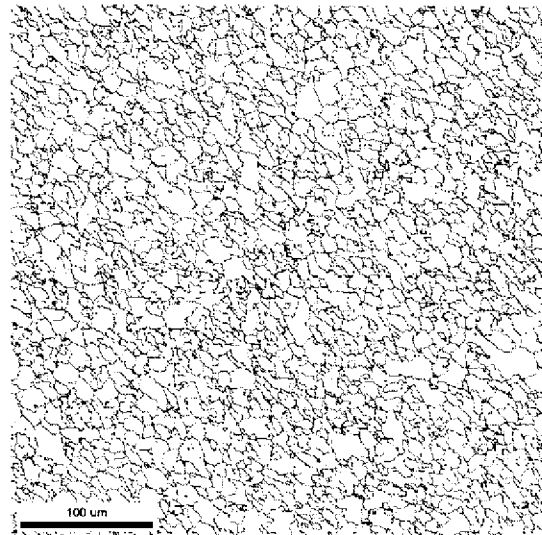
[図3]



[図4]

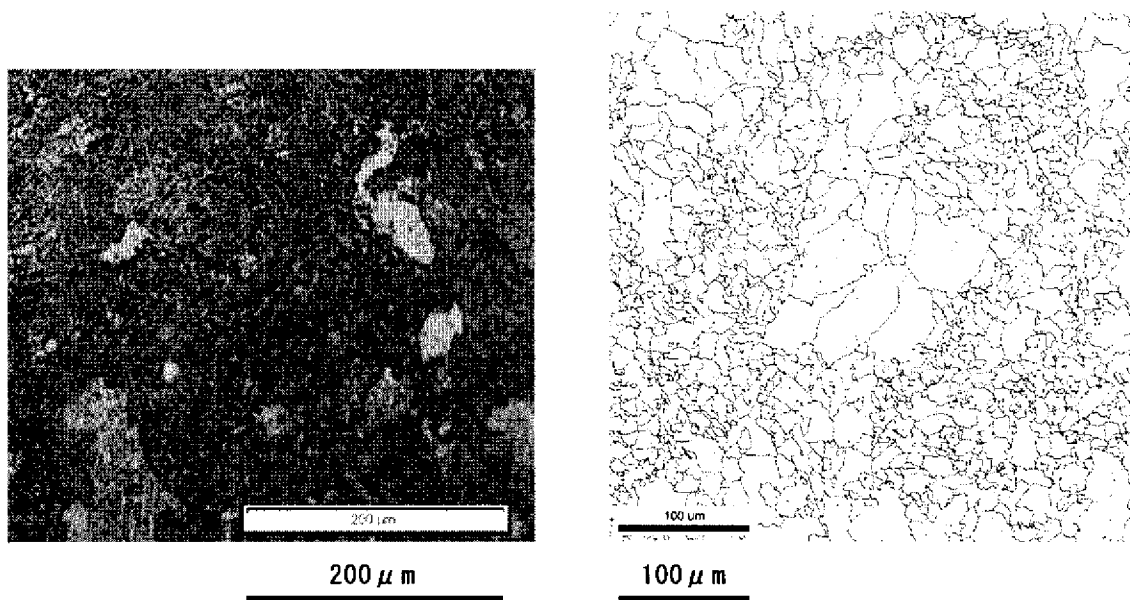
200 μm

(a) 光学顕微鏡写真

100 μm

(b) 結晶粒界図

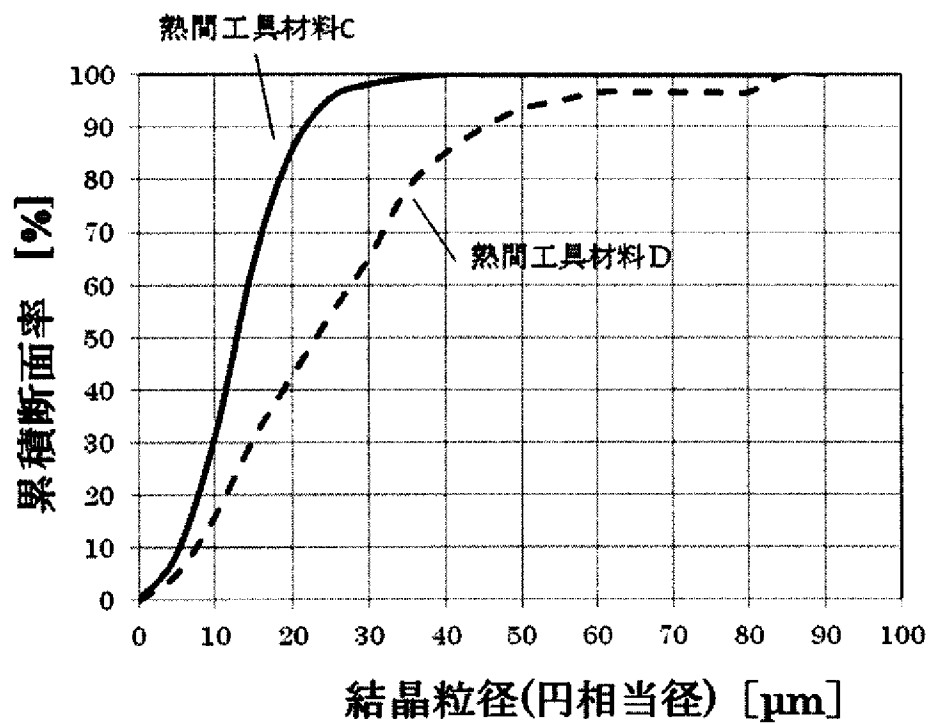
[図5]



(a) 光学顕微鏡写真

(b) 結晶粒界図

[図6]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/065043

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C22C38/00(2006.01)i, C21D6/00(2006.01)i, C21D9/00(2006.01)i, C22C38/60(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C22C38/00-38/60, C21D6/00, C21D9/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2015
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2015	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2015

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus (JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 9-316595 A (NKK Corp.), 09 December 1997 (09.12.1997), claim 1; paragraphs [0001], [0042] to [0055]; fig. 4 (Family: none)	1-3
X	JP 11-36044 A (NKK Corp.), 09 February 1999 (09.02.1999), claim 1; paragraphs [0001], [0002], [0028] to [0044] (Family: none)	1-3
X	JP 2000-42606 A (NKK Corp.), 15 February 2000 (15.02.2000), claim 1; paragraphs [0001], [0002], [0043] to [0060] (Family: none)	1-3

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
07 August 2015 (07.08.15)

Date of mailing of the international search report
18 August 2015 (18.08.15)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/065043

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2007-56289 A (Hitachi Metals, Ltd.), 08 March 2007 (08.03.2007), claims 1 to 3 (Family: none)	1-3
A	JP 2002-248508 A (Sumitomo Metal Industries, Ltd.), 03 September 2002 (03.09.2002), claim 1; paragraphs [0053] to [0066] (Family: none)	1-3
A	JP 2009-215656 A (Hitachi Metals, Ltd.), 24 September 2009 (24.09.2009), claims 1, 2; paragraphs [0024] to [0034] (Family: none)	1-3

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C22C38/00(2006.01)i, C21D6/00(2006.01)i, C21D9/00(2006.01)i, C22C38/60(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C22C38/00-38/60, C21D6/00, C21D9/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 5 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 5 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 5 年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

JSTPlus (JDreamIII)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 9-316595 A（日本鋼管株式会社）1997.12.09, 【請求項1】、【0001】、【0042】－【0055】、【図4】（ファミリーなし）	1-3
X	JP 11-36044 A（日本鋼管株式会社）1999.02.09, 【請求項1】、【0001】、【0002】、【0028】－【0044】（ファミリーなし）	1-3

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

0 7 . 0 8 . 2 0 1 5

国際調査報告の発送日

1 8 . 0 8 . 2 0 1 5

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

静野 朋季

4 K

5 2 7 6

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 3 5

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 2000-42606 A (日本鋼管株式会社) 2000. 02. 15, 【請求項 1】、【0001】、【0002】、【0043】－【0060】 (ファミリーなし)	1-3
A	JP 2007-56289 A (日立金属株式会社) 2007. 03. 08, 【請求項 1】－【請求項 3】 (ファミリーなし)	1-3
A	JP 2002-248508 A (住友金属工業株式会社) 2002. 09. 03, 【請求項 1】、【0053】－【0066】 (ファミリーなし)	1-3
A	JP 2009-215656 A (日立金属株式会社) 2009. 09. 24, 【請求項 1】、【請求項 2】、【0024】－【0034】 (ファミリーなし)	1-3