

# 析出硬化型高Mn非磁性鋼の疲労特性に及ぼすSの影響

春名 靖志\*

The Effect of Sulfur on Fatigue Property of Precipitation-Hardening High-Manganese Non-Magnetic Steel  
Yasushi Haruna

Synopsis: For mechanical components used in high magnetic flux such as bearings and shafts that undergo cyclic stress, materials require non-magnetic property with high strength, hardness, appropriate machinability, and good fatigue properties. Although it is implied that non-magnetic properties and machinability will be achieved by a selection of sulfurized austenitic ( $\gamma$ ) steel grades, effect of manganese sulfide (MnS) on fatigue properties of such grades is not clarified. There are not many studies that discuss the effect of MnS on fatigue life: for bearing use, a few investigations were carried out on high-carbon chromium bearing steels containing sulfur less than 0.03%. In these studies, the effect of MnS is not clearly determined whether it is beneficial or harmful to contact fatigue lives of the steels. In addition, effect of MnS under higher sulfur content, i.e. 0.10%, on the fatigue properties of  $\gamma$  steel has not been studied. In this study, the effect of sulfur on fatigue properties of vanadium added  $\gamma$  steel, 10Cr-5Ni-8Mn-1.6V-0.6C, was investigated. As a result, sulfurized steel indicates superior fatigue properties to the same grade of conventional sulfur content. It is because MnS acts as a stress relaxation site due to restraint of the slip of the matrix and tiny crack generation.

Key words: Precipitation-hardening steel, vanadium carbide, manganese sulfide, fatigue, rolling contact fatigue, rotating bending fatigue, stress relaxation.

## 1. 緒言

近年、構造部品、シャフト、ベアリングなど磁場中や磁歪を利用する部品において、機能材料としての非磁性と同時に強度部材としての高強度も要求される高強度非磁性鋼が求められつつある。オーステナイト鋼の非磁性を保持しつつ高強度化を達成するには、冷間加工による加工硬化もしくは微細析出物による析出硬化、およびこれらの複合処理が利用可能な方法である。しかし加工硬化による高強度化は被加工物の形状等の制限を受けやすくまた全体に均一な強度が得られにくい。一方、析出硬化を利用する場合、時効処理を施す必要はあるが強度の均一性および強度調整が容易等の利点がある。

また高強度材料は一般的に機械加工時の被削性が劣化するため、被削性の改善が必要となる。被削性の改善に対しては、快削元素であるSを適量添加することが汎用的に利用される。繰返し応力を受ける強度部材としては静的強度のみならず疲労強度も重要な特性であるが、上記のごとくS添加にて快削化した高強度鋼の疲労特性は明らかにされおらず、軸受鋼における転動疲労特性が僅かに報告さ

れている<sup>1-4)</sup>が、析出硬化型オーステナイト鋼での疲労特性に及ぼすSの影響の報告例はない。

そこで本研究では、析出硬化により高強度化したオーステナイト鋼における疲労特性に及ぼすSの影響を調査するため、V炭化物析出による析出硬化鋼10Cr-5Ni-8Mn-1.6V-0.6C-0.12Sを用い、回転曲げ疲労試験および転動疲労試験により疲労特性を評価した結果を報告する。

## 2. 供試材および実験方法

### 2.1 供試材

実験に用いた供試材の化学成分をTable 1に示す。供試材の化学成分として、10%Cr-8%Mn鋼を基本とし、時効硬化に寄与するV, Cおよび時効硬化後も非磁性を確保できるようにNiを調整したものに対し、Sを0.010%および0.116%添加したものを使用した。以下、S:0.01%鋼をLS鋼、S:0.116%をHS鋼として表記する。Table 1の化学成分にて真空誘導溶解炉により溶製した100kg鋼塊を、加熱温度1473Kで熱間鍛伸することにより $\phi$ 65mm棒鋼を作製し、下記の各種調査に供した。

\* 技術管理部 条鋼管理2グループ, 工博

Table1. Chemical compositions of the steels.

Steel	(mass%)					
	C	Mn	S	Ni	Cr	V
LS	0.583	8.13	0.010	4.98	9.99	1.67
HS	0.599	8.13	0.116	4.98	9.98	1.68

\*The steels also contain 0.20% Si, 0.032% P, 0.20% Mo, 0.30% Cu, and 0.03% N.

## 2・2 実験方法

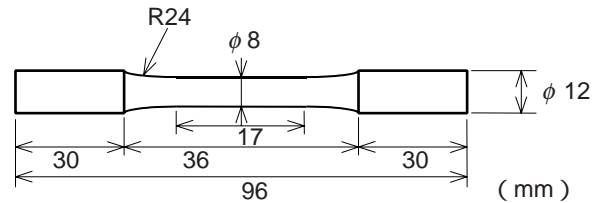
2種の供試材を1453K, 3.6ks水冷の固溶化熱処理を施した後, Table 2に示す条件にてドリル穿孔性による被削性試験を行った。また固溶化熱処理を行った後, 種々の温度で7.2ks保持にて時効処理を行い強度を確認した。このうち最高強度の得られた1023K, 7.2ksの時効処理を施したのについて, 疲労試験, 疲労試験前後の組織観察, 硬さ測定などを実施した。

Table2. Machinability test condition.

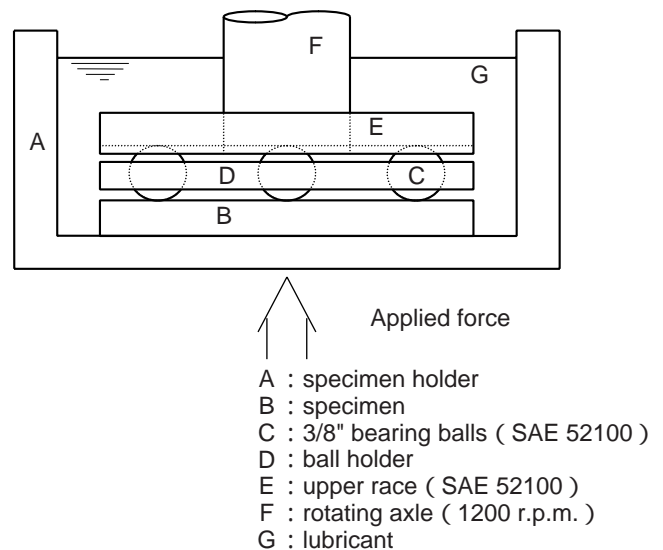
Drill	$\phi$ 8 mm twisted drill
Drilling speed	7.4 m/min (295 r.p.m.)
Applied thrust load	815 N
Drilling depth	10 mm
Lubricant	not used
Total drilling holes	25

疲労特性は, 小野式回転曲げ試験およびスラスト型転動寿命試験の2種類の方法にて評価を行った。それぞれの試験片及び試験方法概略をFig.1, Table 3に示す。小野式回転曲げ試験での評価は, 負荷応力と破断までのサイクル数によるS-N曲線およびS-N曲線から得られる $10^7$ サイクルでの疲労限で行い, スラスト型転動寿命試験は累積破損確率による寿命曲線と累積破損確率10%でのサイクル数 $L_{10}$ 寿命にて行った。

時効処理状態および疲労試験後のミクロ組織観察は, 光学顕微鏡, 走査型 (SEM) および透過型 (TEM) 電子顕微鏡にて行った。



a) Dimensions of specimen for rotating bending fatigue test



b) Test apparatus of thrust type rolling contact fatigue test

Fig. 1. Schematics of fatigue tests applied for investigations.

Table3. Thrust type rolling contact fatigue test condition.

Hertz Contact stress, $P_{max}$	4.41 GPa and 4.66 GPa
Loading cycle	1800 cycles per minute
Lubricant	#60 spindle oil, circulated
Temperature	308 K

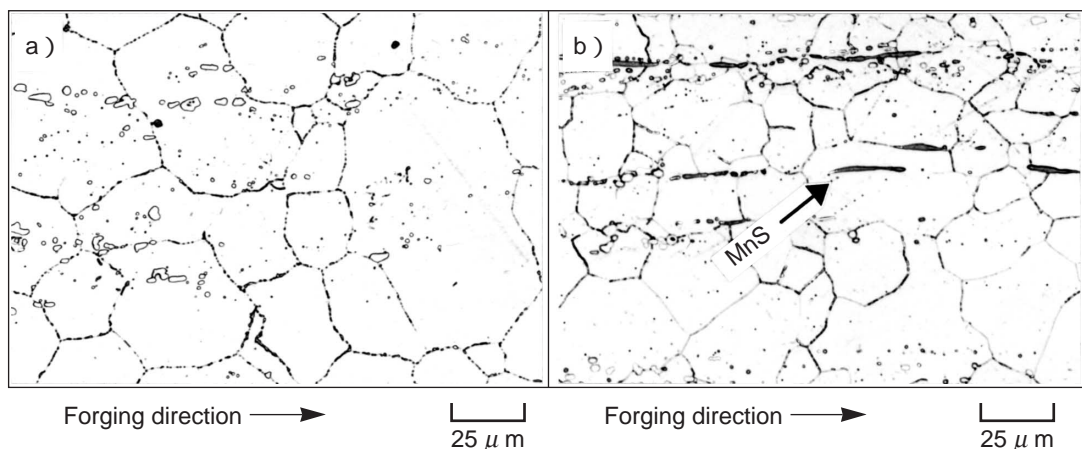


Fig. 2. Microstructures of aged a) LS and b) HS steels at 1023K for 7.2ks.

### 3. 実験結果

#### 3.1 時効硬化状態での組織および機械的性質

Fig.2に、1023K、7.2ksの時効処理後の組織を示す。組織はオーステナイト ( $\gamma$ ) 相をマトリクスとし一次炭化物が分散したものである。HS鋼では鍛伸方向に延展したMnSが観察された。著者ら<sup>5)</sup>は、Vを含む10~12%Cr-8~10%Mn鋼の時効組織は、 $\gamma$ マトリクス、 $Cr_7C_3$ およびVC系の一次炭化物、およびマトリクス中に均一分散する大きさ約7nmの微細な $V_4C_3$ が分散することを確認している。この微細分散する $V_4C_3$ はマトリクスとの整合炭化物で格子ミスフィット  $a_0 \approx 0.153$ であり、時効硬化の主要因である。

時効後の機械的性質は硬さおよび引張試験で評価し、その結果をTable 4に示す。LS鋼、HS鋼いずれも時効硬さは $46.2 \pm 0.1$ HRCと同等である。また引張特性は、HS鋼の伸びがLS鋼に比べてやや低い強度、耐力はやや高い傾向にある。

Table4. Mechanical properties of the maximum hardened specimens.

Steel	Hardness (HRC)	TS (MPa)	0.2%YS (MPa)	EI (%)	RA (%)
LS	46.1	1343	1062	15.6	26.3
HS	46.3	1353	1113	13.6	26.5

#### 3.2 被削性

定推力でのドリル穿孔法により固溶化状態の被削性評価を行った結果をFig.3に示す。比較として汎用ステンレスで

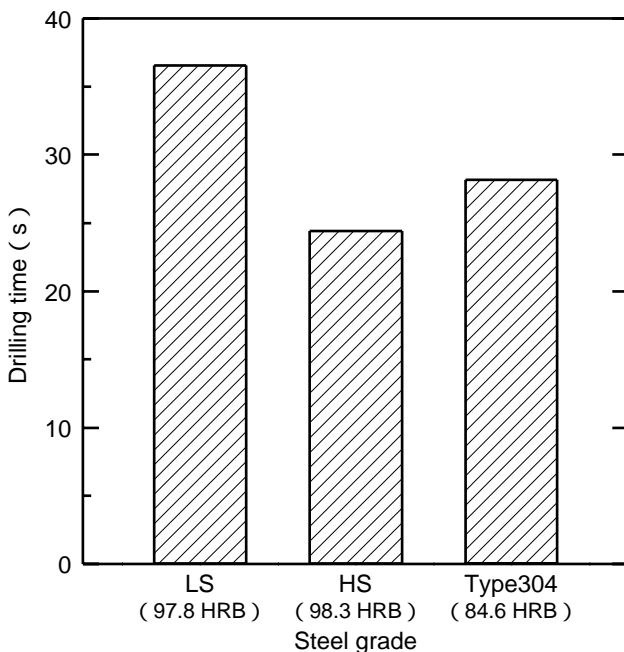


Fig. 3. Machinability of as-solution treated LS and HS steels compared to Type 304 austenitic stainless steel. Hardness of each steel is indicated under the grade.

あるSUS304を用いた。SUS304に比べ供試鋼は13 HRB程度高硬度であるが、HS鋼ではSUS304比で約15%の被削性向上が得られた。これは汎用のS快削鋼と同様に、Sを添加することで鋼中にMnSが形成することによる切削加工時のせん断応力低下を主とする被削性向上効果によるものである<sup>6)</sup>。またHS鋼は0.12%S添加により、LS鋼に比べて35%の被削性向上が認められた。

#### 3.3 疲労特性

##### 3.3.1 回転曲げ疲労特性

Fig.4に小野式回転曲げ試験結果としてS-N曲線を示す。S添加によりS-N曲線は大きく異なり、LS鋼での破断時のサイクル数は応力の低下に伴い大きく向上するが、HS鋼では比較的狭い応力範囲で破断サイクル数は大きく変化する。また両鋼のS-N曲線は途中で交差し、 $10^7$ サイクルにおける疲労限では、HS鋼は、LS鋼よりも16%高い値を示す。

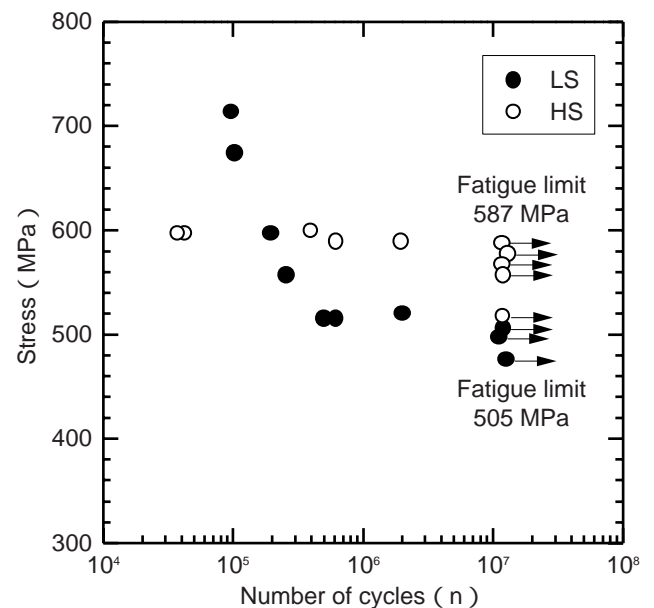


Fig. 4. S-N curves obtained from rotating bending fatigue test of aged HS and LS steels.

オーステナイト鋼では応力負荷により加工硬化を起こしやすく、疲労試験中に加工硬化およびマルテンサイト変態が起こった場合、疲労特性に影響を及ぼすことが考えられる。Fig.5 a), b) に、回転曲げ試験後の破面近傍の硬さおよび透磁率測定結果を示す。いずれの場合においても破断サイクルすなわち負荷応力との相関は明確でない。Table 5に圧縮法によるLS鋼およびHS鋼の加工硬化指数を示す。加工硬化指数は、HS鋼がやや高い値を示し、加工硬化しやすい傾向にあることを示しているが、硬さおよび透磁率の変化からは、HS鋼での疲労限向上の理由は明確ではない。Fig.6に破壊起点近傍の破面例を示す。S添加の有無に関わらず破壊は表面起点であり、へき開破壊によりき裂が進展したことがわかる。

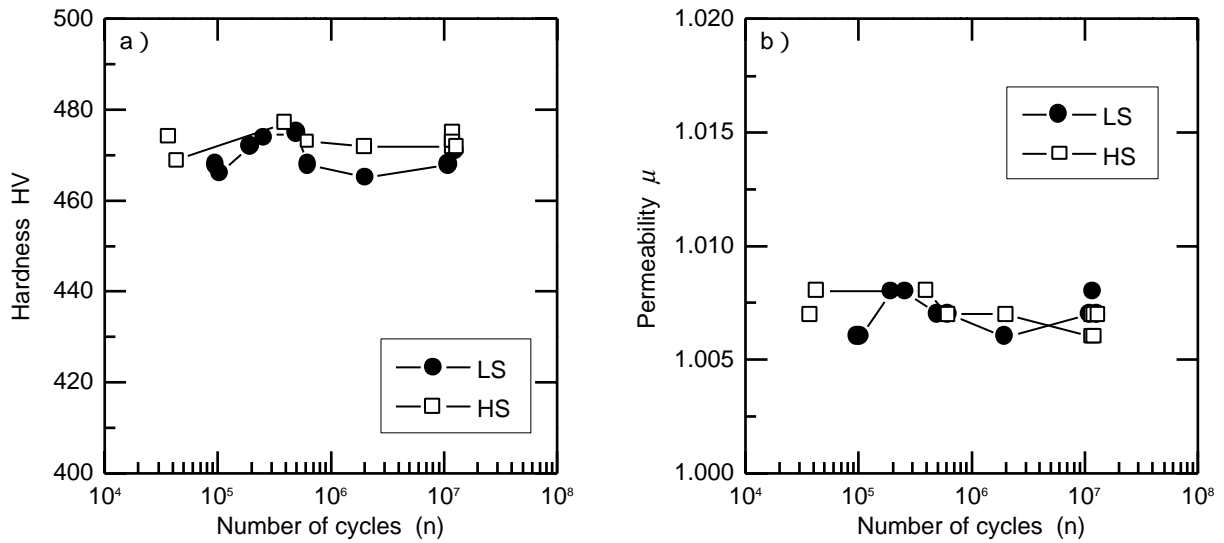


Fig. 5. Changes in a) hardness and b) permeability during rotating bending fatigue test.

Table 5. Comparison of work hardening coefficient of aged LS and HS steels.

Grade	Work hardening coeff. $n$
LS	0.085
HS	0.112

### 3・3・2 転動疲労特性

$P_{max} = 4.41\text{GPa}$ および $4.66\text{GPa}$ の負荷面圧下での累積破損確率をワイブルプロットとしてFig.7に、 $L_{10}$ 寿命をTable 6に示す。いずれの面圧下においてもS添加のHS鋼の疲労寿命特性はLS鋼に比べて良好な特性を示す。特に低面圧であ

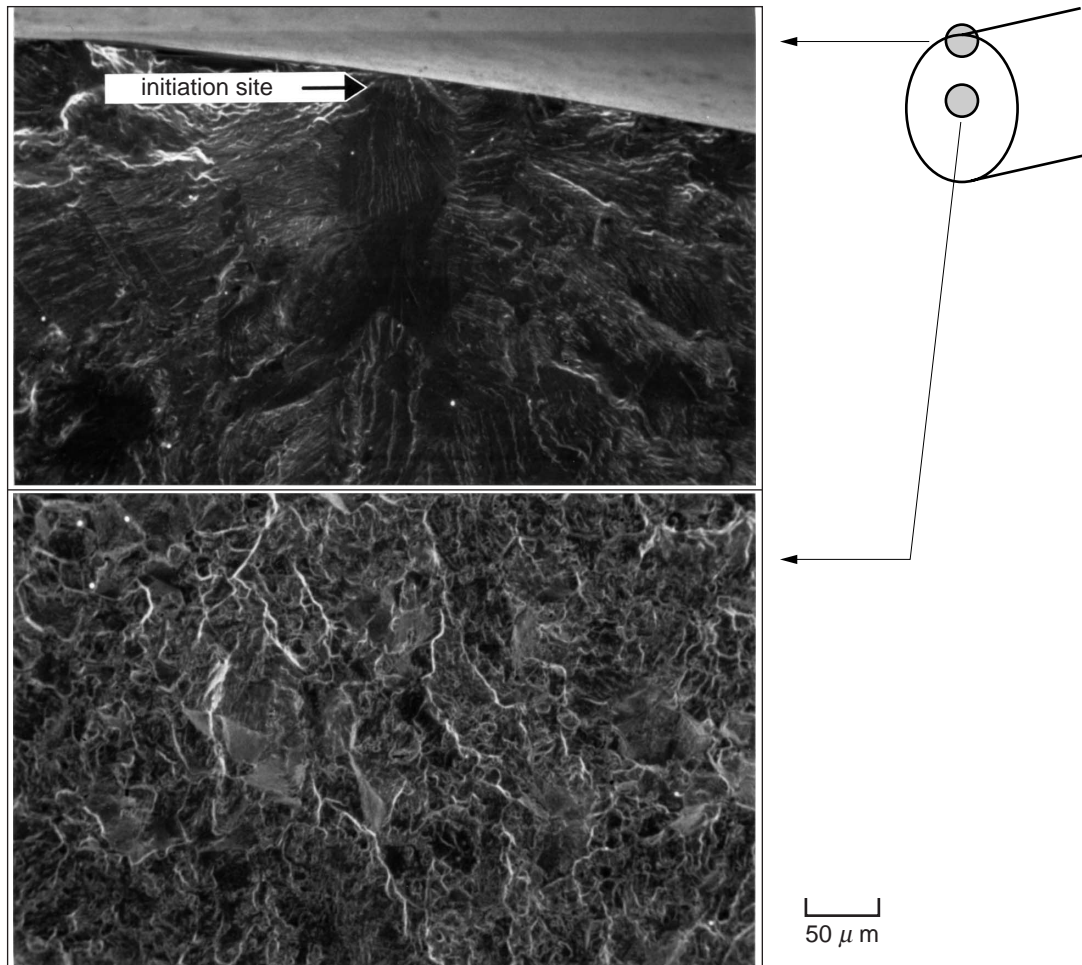


Fig. 6. Fracture surface near fracture initiation site of HS steel fatigued at 590 MPa for  $1.97 \times 10^6$  cycles.

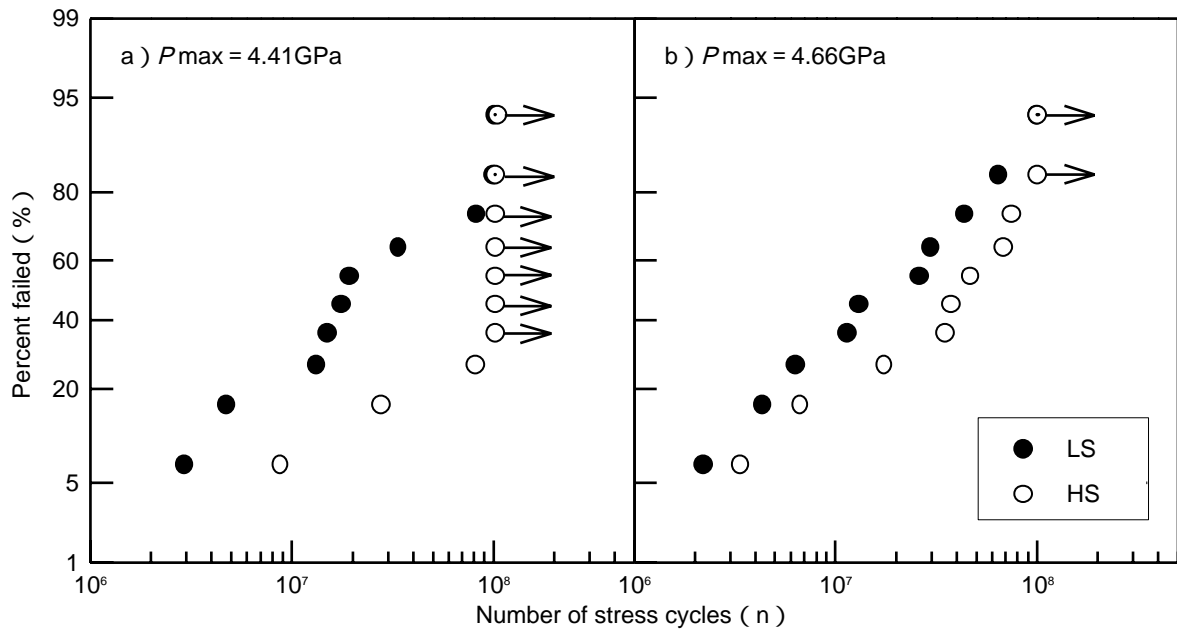


Fig. 7. Weibull distributions of lives of aged steels. Arrows show unfailed. a)  $P_{max} = 4.41\text{GPa}$  and b)  $4.66\text{GPa}$

Table 6.  $L_{10}$  lives of aged steels. (applied stress cycles)

$P_{max}$	LS steel	HS steel
4.41GPa	$3.7 \times 10^6$	$1.5 \times 10^7$
4.66GPa	$2.8 \times 10^6$	$5.5 \times 10^6$

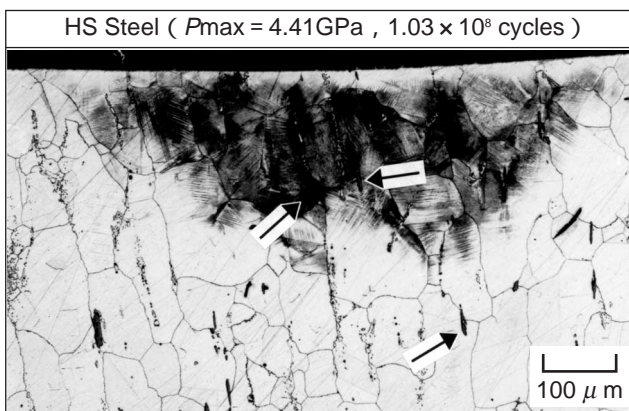
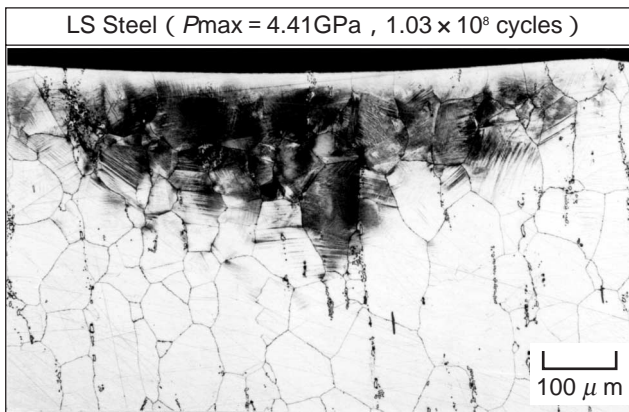


Fig. 8. Typical microstructures of plastically deformed region. The arrows show MnS inclusions.

る  $P_{max} = 4.41\text{GPa}$  では、HS鋼の破損は少なくLS鋼と大きな差となっている。

Fig.8に軌道と直角断面のマイクロ組織を示す。LS鋼、HS鋼いずれも表面から深さ約 $300\ \mu\text{m}$ の範囲に、黒く腐食される領域が認められる。この領域の硬さは、Fig.9に示すように、応力サイクル数が多くなるほど、また負荷面圧が高いほど高くなっていることより、転動疲労中の繰返し応力により塑性加工を受けた領域<sup>7)</sup>と考えられる。しかしS添加の有無に対してマイクロ組織および塑性加工領域の硬さに有意差はなく、転動面直下の組織変化に及ぼすS添加の影響はないと考えられる。この塑性加工領域のTEMによる組織観察結果をFig.10に示す。上述の硬さ変化より、塑性加

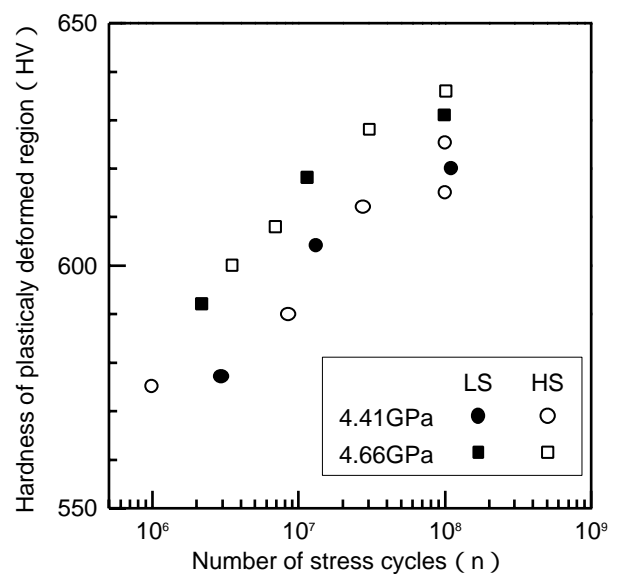


Fig. 9. Change in hardness of plastically deformed region.

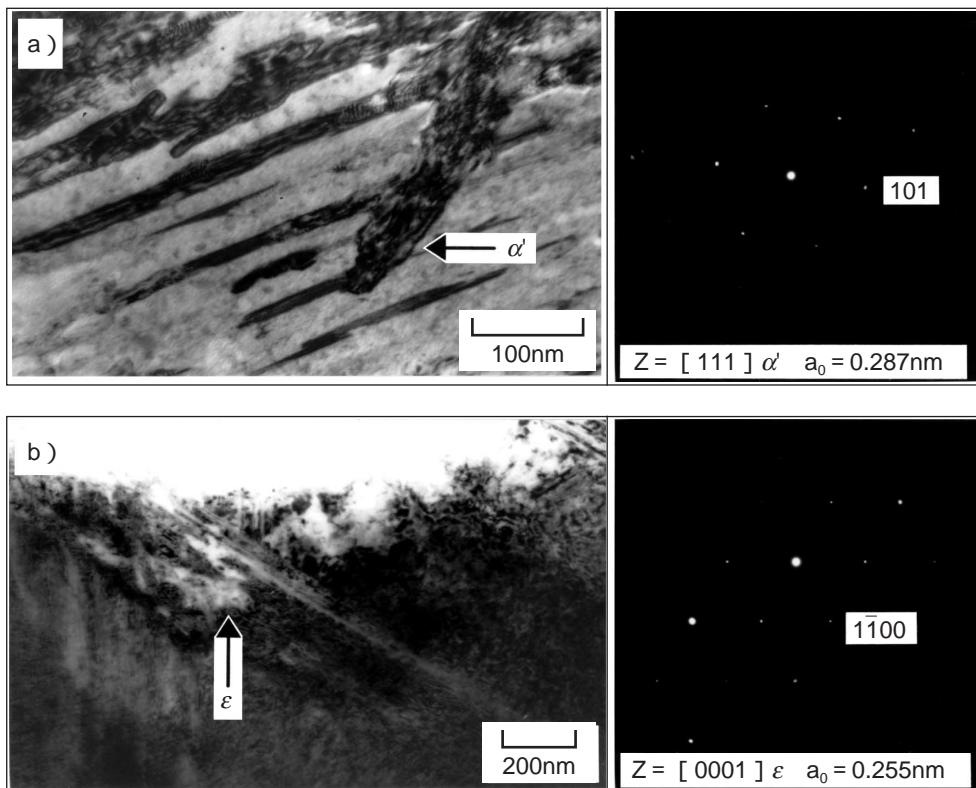


Fig. 10. TEM micrographs of the plastic deformation region of HS steel. a) BCC ( $\alpha'$ ) type and b) HCP ( $\epsilon$ ) type martensite.

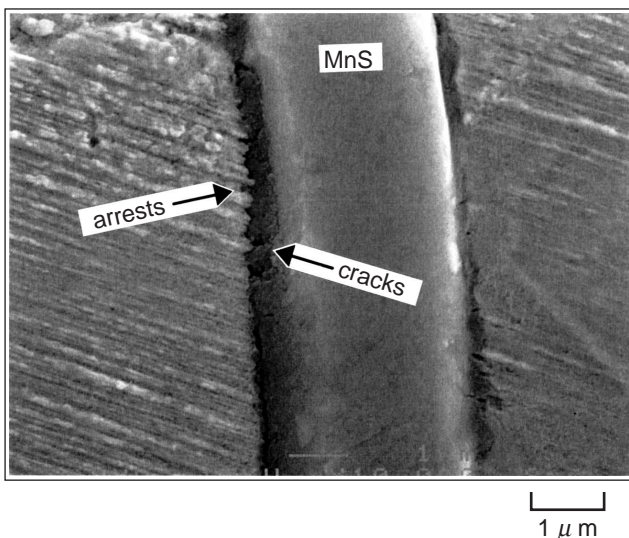


Fig. 11. Microstructure around MnS in plastically deformed region of HS steel after rolling contact fatigue test.

工域は加工誘起マルテンサイトの生成が予想されるが、TEM観察の結果、BCC構造 ( $\alpha'$  :  $a_0 = 0.278\text{nm}$ ) および HCP構造 ( $\epsilon$  :  $a = 0.255\text{nm}$ ) の2種のマルテンサイト相が観察された。この  $\epsilon$  相は、Tomoyaら<sup>9)</sup> がFe-Cr-Mn鋼について示唆しているように、加工誘起による  $\gamma$   $\epsilon$   $\alpha'$  変態の途中段階のものであり、析出硬化に加えて、 $\alpha'$  相とともに硬度上昇による疲労強度向上に寄与していると考えられる。

HS鋼の塑性加工域中のMnS周辺のSEM観察結果をFig.11

に示す。MnS/マトリクス界面には、変形によると考えられるこりが観察され、またMnS表面には微小き裂が観察された。この微小き裂は、塑性加工を受けていない部分でのMnSでは観察されなかった。

#### 4. 考察

小野式回転曲げ試験およびスラスト型転動疲労試験において、HS鋼の疲労特性はLS鋼に比べ向上していることから、S添加により形成されるMnSが疲労特性を向上させていると考えられる。Fig.11に示すように、MnS/マトリクス界面にはこりが観察され、MnS表面には微小き裂が観察される。Moriら<sup>9)</sup> によれば、マトリクス中に介在物が存在し応力が負荷された場合、界面での微小変形、界面こりおよびこれらの複合により応力緩和が起こることを示唆している。本研究で調査した析出硬化鋼においても、MnS/マトリクス界面が応力緩和位置として作用し、こりを阻害すると共に微小き裂の発生によって、応力下でのMnSオーステナイト相の平面こりを抑制したものと考えられる。このMnSの応力緩和作用は、低面圧下での転動疲労試験において、HS鋼の疲労特性向上が顕著であることから、ある限界応力が存在すると考えられる。回転曲げ試験における負荷応力は転動疲労試験より低いものであるが、MnSは同様の作用をするものと考えられ、S-N曲線においてLS鋼とHS鋼の疲労曲線が交差する付近の応力が、回転曲げ試験でのMnS応力緩和作用の限界応力と推定される。

## 5. 結論

V炭化物による析出硬化型高Mn非磁性鋼の疲労特性に及ぼすSの影響を2種類の疲労試験により評価した結果を以下にまとめる。

- 1) S無添加鋼に比べ、S添加した鋼の疲労特性は向上する。この傾向は、負荷応力が低い場合顕著となる。これは、S添加により鋼中に形成されるMnSが、応力下でのオーステナイトマトリクスのこりを抑制し、応力緩和位置として働くためと考えられる。
- 2) 供試鋼における加工誘起マルテンサイト変態は、 $\gamma \rightarrow \epsilon$  の順に起こる事が明らかとなった。より面圧の高い転動疲労試験においては、この加工誘起変態による硬度上昇も析出硬化型鋼の疲労強度を向上させる要因と考えられる。

## 文献

- 1) Y. Matsumoto, Y. Murakami and K. Furumura : 6th Intl. Conf. Mech. Behavior of Mater., Kyoto (1992), 667.
- 2) M. Yamamoto and K. Sotoyama : CAMP-ISIJ, 5 (1992), 1958.
- 3) T. Uesugi and T. Tsubota : ASTM STP987, Ed. J.J.C. Hoo, (1988), 278.
- 4) K. Narita, T. Oue and K. Yamamoto : Tetsu-to-Hagane, 66 (1980), S1135.
- 5) Y. Haruna, A. Yamamoto and H. Tsubakino, :Scripta Materialia, 37 (9)(1997), 1345.
- 6) E.M. Trent : Metal Cutting, Butterworths, London, (1978), 155.
- 7) H. Schlicht, E. Schreiber and O. Zvirlein : ASTM STP987, Ed. J. J. C. Hoo, (1988), 81.
- 8) Y. Tomoya, M. Strum and J. W. Morris, Jr. : Metall. Trans. A, 17A(1986), 537.
- 9) T. Mori, J. H. Huang and M. Taya : Acta Materialia, 45 (2) (1997), 429.

