研 究

高密度焼結鉄板の機械的性質とその破面の直接観察*

鈴 木 良 和**

Yoshikazu Suzuki: The Mechanical Properties of High Density Sintered Iron Sheets and Direct Observation of Their Fractured Surface.

The effect of pores on the mechanical properties of high density sintered iron sheets has been examined by means of tensile test and direct observation on the surface of the specimen during tensile test in the scanning electron microscope. As the test pieces used, the high density sintered iron sheets were prepared by direct powder rolling or by laminating the sheets. The volume fraction and the shape of pores, and the distribution of pore size were changed by sintering at 850°C for 60 min, cold-rolling within the range of 44% to 92%, and annealing at 700°C for 60 min in hydrogen.

The following results were obtained. (1) In an atomized iron sheet, which was sintered and cold rolled at about 50% (total reduction) and then annealed, weakly bonded grain boundaries were observed, which seemed to be composed of pores. Then, these grain boundaries play a role on the nucleation and propagation of cracks in the iron sheet during tensile tests. (2) After laminating atomized iron powder sheets with carbonyl iron powder, these sheets were sintered, cold-rolled at about or more than 60% total reduction and annealed. In consequence, the high density was attained. The mechanical properties of these sheets depend more effectively on the elongated grain shape and average grain size than on the scattered fine pores in them.

(Received June 30, 1975)

I 緒 言

一般に焼結金属の内部には気孔が存在し、これらがその機械的性質におよぼす影響については比較的密度の低い焼結材の主に疲労¹⁻⁴⁾ に関する報告の他、引張り^{5,6)} および脆性⁷⁾ に関する報告が多くみられる。また溶解金属についてはその引張り破壊の機構として介在物が空孔の発生源になる場合⁸⁻¹⁰⁾、また粒界に発生した空孔が気孔に成長する場合¹¹⁾ の報告がある。一方焼結金属でしかも高密度の場合鍛造法による焼結材に残留している微小気孔の引張り強度への影響について Kaufman ら¹²⁾ や川北ら¹³⁾ の研究でみられるが、焼結材内部に残留する気孔の大きさや形を変えることによりこれらの存在が引張り強度に対して直接影響しなくなるまでについての系統的な報告は少ない。著者は直接粉末圧延法¹⁴⁻¹⁶⁾ に基づいて製造した焼結鉄板、および圧粉板を積層して焼結したものをさらに冷間圧延と焼鈍により内部に残留する気孔の大きさとその分布および形状を変化させ、これらの機械的性質におよぼす影響を引張り試験および走査電顕内における引張り破面の直接連続観察から検討したのでここに報告する。

II 実験方法

試料は Table 1 に示す粒度分布と化学成分を有する市販の噴霧鉄粉およびカルボニル鉄粉を用いた。試片は直接粉末圧延により Table 2 に示す条件で用意した。圧延機はロール径が 200 mmφ、幅は 250 mm で水平型である。0.60 mm~0.66 mm の厚さでロールから連続して出てくる幅 50 mm および 100 mm の圧粉板は 50 mm の長さになり、焼結後このまま冷間圧延と焼鈍でち密にした。もう一方の 0.40 mm~0.45 mm の厚さで幅 50 mm のものは長さ 50 mm に切り、間にカルボニル鉄粉を均一な厚さになるようにはさんで 2 枚~6 枚積層させて焼結し冷間圧延と焼鈍を最高 3 回くり返してち密にし、焼結鉄板の内部に存在する気孔の大きさとその分布および形状を変化させた。気孔分布の測定は倍率 500, 1000 倍の光学顕微鏡写真 (110 mm×182 mm) を画像解析装置によりオンラインの計算機で気孔の大きさの分布を線分析から、また気孔の体積率を面分析から求めた^{17,18)}。試料の研摩

* 昭和50年5月本協会春季(東京)大会にて発表, 昭和50年6月30日受理

** 北海道工業開発試験所, 〒061-01 札幌市豊平区東月寒41の2

Table 1 Characteristics of iron powders.

Sample		Atomized Iron	Carbonyl Iron
Characteristics			
Apparent Density (g/cm ³)		2.96	2.99
Particle Size (%)	+ 80 mesh	0.2	+5.3 μ 4.1
	+100	5.7	+4.4 7.2
	+150	14.2	+3.5 13.8
	+200	19.8	+2.6 18.9
	+250	13.2	+1.8 22.9
	+325	18.8	+0.8 18.3
	-325	28.1	-0.8 14.8
Chemical Composition (%)	Ni	0.05	0.01
	Mo	0.02	0.01
	Mn	0.23	0.01
	Si	0.04	0.03
	C	0.004	0.03
	O	0.14	0.16
	S	0.02	0.01
	P	0.01	0.001
	N		0.01

Table 2 Preparing condition of high density sintered iron sheets.

Condition	Sample	A. Iron Sheet (1)	A. Iron Sheet (2)	Laminated Sheet
Hopper Width		50~100 mm	50 mm	
Opening of Rolls		0.7 mm	0.7 mm	
Number of Revolutions of Roll		5 rpm	5 rpm	
Opening of Hopper		4.5 mm	4.0 mm	
Thickness of Green Sheet		0.60~0.66 mm	0.40~0.45 mm	
Thickness of C. Iron Layer				0.3~0.4 mm
Number of Laminating Sheet				2~6 layers
Sintering Temp. and Time		850°C, 1 hr		850°C, 1 hr
Atmosphere		Hydrogen		Hydrogen
Thickness of Sintered Sheet		0.60~0.66 mm		1.10~3.45 mm
Total Reduction of Cold Rolling		0~58%		0~91%
Thickness of Cold Rolled Sheet		0.15~0.65 mm		0.27~0.44 mm
Annealing Temp. and Time		700°C, 1 hr		700°C, 1 hr

は樹脂にうめ込んだ試料の圧延面およびそれに垂直な断面をエメリー紙でみがき、酸化クロムとアルミナで最終仕上げをした。また結晶粒度の測定用は研磨面を5% ナイタル液で腐食させた。なお結晶粒度および軸比（展伸度）の測定は、J I Sに示されている鋼のフェライト結晶粒度試験方法に基づいておこなった。試料の密度は水中および空気中における試料の重量差による比重法とデメンション法を併用して測定した。引張り試験はインストロン型引張り試験機の場合 Fig. 1 (a) に示す寸

Fig. 1 Dimensions of tensile test specimens.

- (a) For measurements of mechanical properties.
 (b) For observation of scanning electron microscopy.

法の試片を切り出し、クロスヘッド速度は 6.7×10^{-4} strain/sec とした。また引張り破面の連続観察は日本電子製走査電子顕微鏡 50A 型の付属装置 (200 kg 型, 50 kg 型) を用いた。試片の寸法は Fig. 1 (b) に示すとおりで、観察面は研磨していない。この場合のクロスヘッド速度は 3.9×10^{-4} strain/sec である。

Ⅲ 実験結果と考察

Ⅲ-1 焼結鉄圧延板の特性

Ⅲ-1-1 引張り試験

直接粉末圧延による噴霧鉄粉の圧粉板の厚さは 0.6 mm~0.7 mm であり、焼結後の圧延で圧下率 50% を越えると極端に薄い板になるため圧粉板を単層のまま圧下率 44%~58% の範囲で圧延し、圧延方向およびこれに 45° 方向と 90° 方向に引張り試験片を切り出した。これらの引張り試験結果については Fig. 2 に示す。降伏応力および引張り強さは圧下率の増加とともにわずかに増えるが、伸びはこの圧下率の範囲で大きくばらついて上

Fig. 2 Effect of total cold reduction on mechanical properties of atomized iron sheets (1).

Fig. 3 Effect of total cold reduction on mechanical properties of laminated iron sheets.

昇しているのが認められる。この場合圧延方向に平行方向、45° 方向および 90° 方向による差異は認められず、これらの圧下率の範囲では圧延板の板面内異方性はあらわれない。さらに圧粉板を積層して焼結した圧下率 56% 以上の高密度の圧延板についても同様な試験をおこない、その結果を Fig. 3 に示す。圧下率の増加に伴い降伏応力、引張り強さ、伸びのいずれも上昇しているが、圧下率 84% で降伏応力は飽和しており伸びはこれ以上の圧延で減少する傾向を示している。

Ⅲ-1-2 気孔分布と結晶粒について

はじめに焼結鉄板の機械的性質に寄与すると考えられる気孔が圧延により変化する過程について調べた。積層した焼結鉄およびその圧延焼鈍板の断面組織を Photo. 1 (a), (b) に示す。圧延前 (a) では中央のカルボニル鉄の部分に両側の噴霧鉄の部分と比べ小さな気孔が多く両者の境界が明瞭であるが、これを約 60% 圧延した (b) では組織がほぼ均一になっている。これらの顕微鏡写真から求めた冷間圧延による焼結鉄の気孔の体積率変化について Fig. 4 に示す。噴霧鉄圧粉板の密度の高い方は焼結後の圧延による密化も早い。圧粉板の密度の低い方は積層して焼結することにより圧下率が約 60% 以上で密化の飽和しているのが認められる。さらに積層板のカルボ

Photo. 1 Scanning electron micrographs of a laminated iron sheet.

(a) Sintered at 850°C for 1 hour in hydrogen.
(b) 59% cold-rolled (a), and annealed at 700°C for 1 hour.

Fig. 4 Change of volume fraction of pores in sintered iron sheets cold-rolled and annealed at 700°C for 60 min.

ニル鉄の部分および噴霧鉄の部分の気孔分布について Fig. 5 (a), (b) にそれぞれ示す。いずれの場合も圧下率 0%~48.2%の範囲では気孔の大きさは広く分布しているが、圧下率59.6%では分布が狭くなっているのが認められる。紺田ら³⁾は焼結鉄の疲れ強さに与える気孔の形状の影響として不定形な長細い気孔がき裂の発生、および伝播に関与していることを指摘している。焼結鉄を圧

Fig. 5 Distribution of pore size in sintered and cold-rolled and annealed iron sheets.

- (a) Pores in carbonyl iron layers.
(b) Pores in atomized iron layers.

延した場合、気孔が細長く変形したものは同じような効果が考えられる。これらの引張り強さに与える影響は Fig. 2 および Fig. 3 に示したように極めて少ないが、伸びについてこれらの効果があらわれると考えれば Fig. 4 において気孔の体積率の減少がゆるやかになる範囲では細長く変形した気孔の形状にばらつきがあり、これらが圧延鉄板の伸びのばらつく原因になっていると思われる。次に積層により高密度化した焼結鉄板の圧下率と結晶粒度ならびに結晶粒の軸比（展伸度）との相関について検討した。これらの試料の断面組織を Photo. 2 に示し、結晶粒の変化について Fig. 6 に示す。この結果から圧下率の増加に従い平均結晶粒径は小さくなっている。また結晶粒の軸比をみると圧下率の約80%付近で極大値を示し、それ以上の圧下率では平均結晶粒径に平行して小さくなっている。一般に溶解鉄圧延板について結晶粒の軸比が増加するに従い伸びが改善されることが報告¹⁹⁾されており、焼結鉄圧延板の場合も圧下率60%以上では気孔の減少とともに結晶粒の延伸した形状による効果もあらわれていると考えることができる。さらに圧下率84%以上では明らかに結晶粒径と軸比の減少による影響で Fig. 3 にみられるように伸びが減少し、引張り強さが増加していると考えられる。従って焼結鉄圧延板の機械的性質において圧下率60%以上で高密度化した場

Fig. 6 Change of average grain size and grain elongation of high density laminated and sintered iron sheets cold-rolled and annealed at 700°C for 60 min by total cold reduction.

Photo. 2 Micrographs of high density laminated and sintered iron sheets.

- (a) Cold-rolled at 60.5% total reduction and annealed at 700°C for 60 min.
(b) Cold-rolled at 77.5% total reduction and annealed at 700°C for 60 min.
(c) Cold-rolled at 90.5% total reduction and annealed at 700°C for 60 min.

合は、もはや気孔の影響よりも溶解した圧延鉄板にみられるように結晶粒径および形状の変化¹⁹⁾、集合組織の変化²⁰⁾による寄与が大きいものと思われる。

Ⅲ-2 走査電顕による引張り破面の直接観察

前述の特性をもつ焼結鉄圧延板では焼結後の圧延過程で内部の大きな気孔が細長く変形するもの、また小さな気孔は焼鈍による再結晶過程で粒界および粒内に残留する場合が考えられる。従って引張り試験による粒界ならびにこれら気孔の変形を追跡し、き裂の発生およびその伝播に寄与するこれらの役割割りについて考察するため走査電顕で直接連続観察をした。走査電顕内での引張り装置による応力-歪曲線を Fig. 7 に示す。試料は圧下率 55%，密度 7.7 g/cm³ の噴霧鉄圧延板でクロスヘッド距離は 21 mm である。引張りによる試片のそれぞれの歪 (a=0%, b=1.9%, c=7.1%, d,e=11.9%, f=14.8%) のところで引張りを中断して試料面を観察した。これらを Photo. 3 に示す。写真では粒界にそって気孔が存在し、ゆるみのある粒界が認められる。これは焼結鉄の元の粉末粒子境界^{3,21)} (擬似粒界) に存在する気孔が圧延により押しつぶされても、十分に圧着しない状態で焼鈍されたものと考えられる。矢印方向に引張りをした引張り歪 0%，および 1.9% の範囲では試片中央の観察位置で引

Fig. 7 Stress-strain curve of an atomized iron sheet (1) tested by means of the equipment in the electron microscope.

張りによる気孔およびゆるみのある粒界の部分の変形は認められない。引張り歪 7.1% 以上の塑性変形の生じているところでは引張り方向に対し垂直方向に粒界のゆるみが広がり、さらに応力増加に伴い気孔の変形が著しくなり破断するようが観察される。次に圧下率 47%，密度 7.5 g/cm³ の噴霧鉄圧延粉板について Photo. 4 に示す。引張り前の試片の各々の観察位置は (b) が Fig. 1 (b) に示した試片の中央、(a) は (b) より 2 mm 離れたところである。Photo. 4 (a)-1, (b)-1 の引張り前の試料面にゆるみのある粒界が認められる。Photo. 4 (a)-2, (b)-2 は 5.7% の引張り歪を受けたもので、(b)-2 では粒界のゆるみが不連続の状態に広がった様子が観察される。(a)-2 では粒界のゆるみがほぼ直線状に広がっている。Photo. 4 (a)-3, (b)-3 は 11.0% の引張り歪のもので、(b) は 5.7% の場合に比べ粒界のゆるみからき裂が発達しており (a) では破断されている。次に圧下率 55%，密度 7.7 g/cm³ のもので特にき裂の伝播の阻止される部分に注目して破断する過程を追跡し、その結果を Photo. 5 に示す。Photo. 5 (a) は引張り歪が 16.9% のもので、き裂が不連続に進行している。Photo. 5 (c) は引張り歪が 17.0% の場合で (b) の塑性変形した結晶粒が迂り線にそって破断している。再び (c) の倍率を下げて変形の進んだまわりの様子を Photo. 5 (d) に示す。(c) で進行したき裂が粒界のゆるみの無いところで止まっている。一方別な方向から進んでいるき裂が (d) の右上にみられ、その部分を拡大し Photo. 5 (e) に示す。(c) と同様両側のき裂にはさまれた結晶粒が変形しながらき裂の進んでいる様子がわかる。さらに引張り歪 17.1% にした場合を Photo. 5 (f) に示すが、試片の引張り方向に対して左側から進んできたき裂は (f) の中央の粒界のゆるみの不連続なところで止まり、それに対して右

Photo. 3 Scanning electron micrographs of an atomized iron sheet (1) during tensile test.

- (a) Before tensile test.
- (b) Tensile strain (1.9%).
- (c) Tensile strain (7.1%).
- (d, e) Tensile strain (11.9%).
- (f) Tensile strain (14.8%).

Photo. 4 Continuous observation of propagation and fracture of cracks in an atomized iron sheet during tensile test.

(a)-1, (b)-1 Before tensile test.
 (a)-2, (b)-2 Tensile strain (5.7%).
 (a)-3, (b)-3 Tensile strain (11.0%).

Photo. 5. Propagation stages of cracks and plastic deformation of grains before fracture of an atomized iron sheet (1) during tensile test.

(a, b) Tensile strain (16.9%).
 (c, d, e) Tensile strain (17.0%).
 (f) Tensile strain (17.1%).

側からのき裂の進行が観察される。R. S. Bankowski ら⁴⁾ および本田、徳永⁶⁾ は焼結鉄の引張り後の試験片の観察から迂り線が隣接気孔を連結して破壊に導く役割について論じているが、引張りによる直接連続観察から焼結鉄の圧延したものでは比較的高密度の場合でも結晶粒が迂りを起こすほど変形する部分と、迂りを起こす前にゆるみのある粒界からき裂が発生する部分とが共存しており、その結果き裂は気孔の不連続なところでは結晶粒が著しく塑性変形するため進行が緩和され、気孔間に粒界のゆるみがあればその部分のき裂は優先して進み気孔の連なりの早いことが明らかになった。次に Photo. 6 は

噴霧鉄とカルボニル鉄の積層によるもので圧下率75%、密度 7.7 g/cm^3 の圧延板について同様に観察したものである。Photo. 6 (a) は引張り前のもので小さな気孔の分散はみられるがゆるみのある粒界は認められない。これは高度の圧延により気孔の圧着が進んだためと思われる。Photo. 6 (b) は引張り歪7.1%で部分的にわずかに迂り線がみられる。Photo. 6 (c) は引張り歪17.6%で気孔の変形は認められるが、粒界にそった気孔の連なりはみられない。さらに Photo. 6 (d) は引張り歪20.8%で(c)とは視野が変わっているが、引張り歪を上げて Photo. 6 (e) で20.9%、(f) で21.0%と試片全体に塑性変形の広がって

Photo. 6 Propagation stages of cracks in a high density laminated and sintered iron sheet during tensile test.

(a) Before tensile test.	(b) Tensile strain (7.1%).
(c) Tensile strain (17.6%).	(d) Tensile strain (20.8%).
(e) Tensile strain (20.9%).	(f) Tensile strain (21.0%).

いる様子がみられる。さらに気孔のまわりの変形の著しいところから結晶粒の入り線にそって気孔を中心にき裂の入っているのが観察される。この場合のき裂は結晶粒内を伝播しているのが認められ、前述の粒界のゆみにそってき裂が進み破断したのに比べ引張りによる伸びが著しく改善されている。従って焼結鉄を圧延して高密度にし分散させた小さな気孔は、溶解材において H. C. Rogers¹¹⁾, B. J. Brindley⁹⁾ および H. W. Hayden ら¹⁰⁾ により引張り過程で観察されている粒界および酸化物や炭化物による介在物のまわりから空孔が発生してき裂を起こす場合と同じようにき裂の中心となり得る。また機械的性質について川北ら¹³⁾ の報告では高密度の焼結鉄と溶解鉄との間で大きな相違は認められていないが、Photo. 5 と Photo. 6 の観察結果から焼結鉄圧延板では圧延の程度によりゆみのある粒界がある場合はき裂の発生へのこれらの寄与が著しく、またゆみのある粒界が無い場合は板内に分散している気孔の中でき裂を発生させ伝播させる速さのちがいがみられ、これらの破壊の機構については今後さらに詳細な検討が必要と思われる。

IV 結 言

焼結鉄圧延板の内部に残留する気孔の大きさ、分布および形状を圧延により変化させ、引張り試験と走査電顕内での引張りによる破面の直接連続観察から機械的性質におけるこれら気孔の役割割について検討した。得られた結果をまとめると次のとおりである。

(1) 噴霧鉄圧延板を単層のまま 850°C, 1 時間水素中で焼結後 50% 前後の圧延および 700°C, 1 時間焼鈍した焼結鉄圧延板において圧延前に存在した気孔がゆみのあ

る粒界として存在し、引張りによる降伏応力の範囲では気孔およびゆみのある粒界の変形は認められないが、塑性変形領域ではこれらの粒界からき裂が発生して気孔が連結される。(2) 焼結鉄圧延板の引張り破断において、結晶粒の塑性変形によりき裂の進行が緩和される部分の多いほどき裂の進む場所が一カ所に集中せず伸びが改善される。(3) 噴霧鉄圧延板とカルボニル鉄粉の積層体を 850°C, 1 時間水素中で焼結して約 60% 以上の圧延で 700°C, 1 時間焼鈍することにより微小な気孔と均一な再結晶組織を有する高密度の焼結鉄圧延板が得られる。(4) これら積層により 60% 以上の圧延で高密度化した焼結鉄圧延板にはゆみのある粒界はみられず、小さな気孔が比較的均一に分散しているため機械的性質は溶解鉄のそれに類似してくる。

終りに、本研究において御助言を賜わり、御討論いただいた北海道大学工学部附属金属化学研究施設の西田恵三教授に厚くお礼申し上げます。

文 献

- 1) R. Haynes: Powder Met., **13** (1970), 465.
- 2) 紺田, 大北: 粉体および粉末冶金, **18** (1972), 302.
- 3) 紺田, 大北: 粉体および粉末冶金, **21** (1974), 38.
- 4) R. S. Bankowski and W. H. Feilbach: Intern. J. Powder Metallurgy, **6** (1970), 23.
- 5) 小原, 立沢: 粉体および粉末冶金, **21** (1974), 91.
- 6) 本田, 徳永: 粉体および粉末冶金, **18** (1972), 295.
- 7) 黒木, 徳永: 粉体および粉末冶金, **16** (1969), 266.
- 8) J. Gurland, J. Plateau: Trans. ASM, **56** (1963), 442.
- 9) B. J. Brindley: Acta Met., **16** (1968), 587.
- 10) H. W. Hayden, S. Floreen: Acta Met., **17** (1969), 213.
- 11) H. C. Rogers: Trans. AIME, **218** (1960), 498.
- 12) S. M. Kaufman, S. Moccarski: Intern. J. Powder Met., **7** (1971), 19.

- 13) 川北, 小野田, 黒石, 岩城: 粉体および粉末冶金, **17** (1971), 331.
- 14) 木村, 平林, 徳吉: 粉体および粉末冶金, **10** (1964), 172.
- 15) 田村, 野田: 粉体および粉末冶金, **11** (1965), 236.
- 16) G. A. Vinogradov, Yu. N. Semenov: "Rolling of Metal Powders", Foreign Technology Division Wright-Patterson Air Force Base, Ohio 23 June (1967), 59.
- 17) R. L. Fullman: Trans. AIME, **197** (1953), 447.
- 18) 渡辺, 増田: 日本金属学会誌, **35** (1971), 251.
- 19) R. L. Solter, C. W. Beattie: J. Metals, **3** (1951), 721.
- 20) 鈴木: 粉体および粉末冶金, **20** (1974), 255.
- 21) 川北: "鉄系焼結材の強度向上に関するシンポジウム" 講演概要集, (1972), 28.

会 告

第14回 粉体に関する討論会講演募集

<p>日 時: 昭和51年11月24日(水)～26日(金)</p> <p>会 場: 岡山衛生会館
(〒700 岡山市古京町1丁目1-10)</p> <p>共 催: 粉体粉末冶金協会他</p> <p>主 題: 1) 粉体の生成と物性
2) 粉体プロセス, 公害と粉体
3) 粉体の充填・圧密
4) その他</p> <p>講演申込締切: 昭和51年6月30日(水) 必着</p> <p>申込方法: 「第14回粉体に関する討論会申込書」と明記し
①申込者氏名②所属学会 ③勤務先(〒, Ⅲ)④連絡先(〒, Ⅲ)⑤演題(討論主題1, 2, 3, 4のいずれかを明記) ⑥発表者氏名(講演者○印) ⑦200字程度のアブストラクト, 以上を記入して葉書で下記</p> | <p>に御送付下さい。(1件あたり討論を含めて20～30分の予定)</p> <p>原稿締切: 昭和51年9月30日(木)</p> <p>採択された講演については所定の原稿用紙を送付致します。図表を含めて3枚(4500字)</p> <p>参加申込締切: 昭和51年10月30日(土)</p> <p>参加登録費: (予 約) 要旨集共 4000円(学生2000円)
(非予約) // 5000円(// 2500円)</p> <p>懇親会: 昭和51年11月25日(木) 会費5000円</p> <p>申込・連絡先: 〒700 岡山市津島中三丁目一番一号
岡山大学工学部工業化学教室
第14回粉体に関する討論会
高橋 克明
Ⅲ 0862(52) 1111 (内線536)</p> <p>送金法: 現金書留または小為替に限る。</p> |
|---|--|