速 報

焼結鉄引張り試験片の表面および内部における変形破壊挙動*

本 田 忠 敏**, 黒 木 英 憲***

Tadatoshi Honda and Hidenori Kuroki: Material Behavior in Tensile Specimens of Sintered Iron during Deformation and Rupture.

The deformation and rupture behavior of tensile specimens of iron compact were observed on the polished surface, on the sectional area and on the fracture surface.

On the polished surface, cracks developed into a network structure. But most of these cracks did not propagate into the specimens, and remained as grooves within a thin surface layer.

In highly sintered specimens, pores expanded and coalesced as observed in the case of the usual ductile fracture of cast materials, in other words, internal necking took place.

In lightly sintered specimens, welded necks at the particle boundaries were broken, and the particles themselves were not deformed. Though, this type of fracture appeared to be brittle by light microscopy, it was recognized to be ductile by a detailed observation through a scanning electron microscope.

The surface cracking and the internal necking were considered to be due to less constraint on the free surface than in the interior.

(Received March 10, 1977)

I 緒 言

焼結鉄の引張り変形挙動に関して、前報¹⁾では、主に試料表面の連続観察と応力-ひずみ曲線に基づき、次のような指摘を行なった。すなわち、外部応力が加えられると気孔周辺で大きな応力集中が起こり、降伏点以前にある程度の塑性変形が進行する。降伏点に達した時点で、すでに幾つかの応力集中個所で鋭い亀裂が発生している。その後、外部応力の増大とともに亀裂が数を増し、相互に連結・拡大して網目状に多数の気孔を連ね、破面は延性破断特有のディンプル・パターンを呈する。

このような試料表面の観察は、特定の気孔の変形過程を追うには適しているが、それだけでは表面に見られる鋭い亀裂と全断面にわたるディンプル・パターンとの間の関連が、必ずしも明らかではない。たとえば、溶製軟鋼の場合、薄板に穴をあけて引張れば、穴は鋭い剪断亀裂

によって連結することが従来知られていた²⁾。しかし、最近の報告³⁾によれば、引張り変形の際に棒状試料内部に発生した空洞は鋭い亀裂によって直接連結するのではなく、空洞そのものの成長と合体によってディンプル・パターンを生じることが示されている。したがって、焼結鉄試料における微視的な亀裂発生挙動も、表面では薄板の場合と類似しているが、内部ではそれと異なることが予想される。そこで、本報告では、焼結鉄引張り試験片の表面と内部における変形・破壊過程を観察し、両者を対比して検討した。

II 実験方法

原料粉として、-100 mesh の市販鉄粉を用い、Table 1 に示す条件で2種の試料（記号EおよびR）を作製した。同表には、参考までに材質も併記する。いずれもJSPM標準引張り試験片の押型にステアリン酸の四塩化炭素

Table 1 P/M variables and properties of compacts used.

Mark	Powder	Compacting pressure	Sintering condition	Sintered density	Yield strength	Tensile strength	Elongation
E	Electrolytic	4 t/cm ²	1100°C×0.5 hr in H ₂	6.8 g/cm ³	7 kg/mm ²	13 kg/mm ²	10~12%
R	Reduced ore	9 t/cm ²	1200°C×1 hr in H ₂	7.3 g/cm ³	11 kg/mm ²	25 kg/mm ²	18~23%

* 昭和49年11月本協会秋季（岡山）大会にて一部発表，昭和52年3月10日受理

** 熊本大学工学部金属工学教室，〒860 熊本市黒髪町

*** 九州大学工学部鉄鋼冶金学教室，〒812 福岡市東区箱崎町

溶液を塗布して成形し、水素中で焼結した。

引張り試験はインストロン型試験機により、クロスヘッド速度 2 mm/min で行なった。この際、表面の変化を追跡するには試験を数回中断し、あらかじめ研磨した試験片の同一個所を連続的に観察した。内部の観察には各ひずみ段階で試験を打ち切り、切断研磨した。

Ⅲ 気孔間基地のくびれによる破壊

変形に伴う試料表面の変化、とくに亀裂の発生と成長に関する前報の観察結果と対比するため、まず内部を観察した。その場合、同一視野で変形過程を追う連続観察ができないので、異なる試料でも亀裂の発生や気孔形状の変化がよく分かるように、用いる試料の変形前における気孔形状をなるべく単純化（球状化）しておくことが望ましい。そこで、本節では密度が高くて焼結の度合も強い試料 R を用いた。

降伏点付近まで負荷して表面に亀裂を生じた試料の内部を研磨し、そのまま観察したところ、表面に見るような亀裂は認められなかった。このとき、亀裂が研磨による流動層でふさがれていることも考えられるので、ナイターで腐食してみたが、それらしいものは見当たらなかった。もちろん、表面の変形に応じて内部でも何らかの変化が起きているはずで、おそらく気孔周辺に微視的ひずみを生じているであろう。しかし、わざわざ高密度の試料を用いたにもかかわらず、気孔形状の変化が直観的に認められたのは、試料全体の変形が著しく進んだ段階においてであった。

そこで、破断後の試料を Fig. 1 の要領で切断し、同図中の a～d 計 4 箇所を観察した結果が Photo. 1 に同符号で掲げるものである。Photo. 1(a) によれば、破面付近では表面からかなり深く ($200\sim 300\mu$) 入り込んだ亀裂が生じている。これは溶製延性材料の破壊が試料内部で発生するのに対し、焼結鉄では表面から破壊が始まる場合もあることを示すものである⁴⁾。しかし、このような亀裂は破面のごく近傍に、しかも比較的まれにしか存在せず、前報の観察において網目状の亀裂が表面の広い範囲にわたって発達していたのとは異なる。また、破面から約 3 mm 離れたところでは、亀裂が入っているというより

Fig. 1 Section of fractured specimen. Marks (a)～(d) indicate the positions where the micrographs of Photo. 1 with the corresponding marks were taken.

Photo. 1 Section of fractured and nickel-plated compact "R", lightly etched by nital.

も、ただ $20\sim 30\mu$ のくぼみが点在しているだけである (b)。すなわち、表面に現れる網目状の亀裂の多くは、せいぜい深さ $20\sim 30\mu$ の言わば溝様であり、そのような亀裂のごく一部が内部に向って成長すると考えられる。おそらく、破面付近の深い亀裂は、破断する瞬間にたまたま生じた複数の巨視的亀裂のうち、試料の全断面に広がり得ないまま取り残されたものであろう。(c)によれば、内部では微視的にも表面に生じるような鋭い亀裂は全然見当たらず、破面近くの気孔は引張り軸方向に拡大するとともに、その一部が気孔間の基地のくびれによって、破面に平行（引張り軸に垂直）に連結し、一連の亀裂を形成している。破面自体も内部ではこれと同様にして形成されたことが明らかである。とくに (d) は気孔がまさに連結しようとするところを示す。

したがって、試料全体の破断は、気孔の連結によって内部に生じた亀裂が、さらに気孔伝いに表面の溝様の亀裂と（もし表面から内部に向う亀裂があるときにはその亀裂と）連なることによって起こると考えられる。その結果、Photo. 2 の走査電顕写真のように破面はディンプル・パターンを呈するが、それぞれのくぼみでは、す

Photo. 2 Fractograph of compact "R".

べり線の発達が著しいため、気孔内面の特徴であるなめらかな曲面の占める割合が少ない。

IV 旧粉末粒界の剝離

以上のように比較的高い密度の試料では、鋭い亀裂の発生ではなく、気孔間の基地のくびれによって亀裂が発生・伝播する。しかし、低密度で焼結の度合いも弱い場合、亀裂は気孔伝いというよりも旧粉末粒子同士の境界を通ると予想されるので、それを確かめるため、試料Eを観察した。その結果、表面では降伏の段階で Photo. 3(a) の矢印のように明らかにすべり線とは異なる線が現れ、前報で指摘した鋭い亀裂と類似していることが分かった。これは変形当初から旧粉末粒界が剝離してくるのであろう。この種の亀裂も同 (b) のように、その後の変形とともに網目状に成長して破断に至ることは、焼結が進んだ試料の場合と同様である。

他方、内部では Photo. 4 のように破断に至るまで鋭い亀裂が見当たらず、ただ、旧粉末粒界が剝離して多数の気孔を連ねているように見える。この破面では Photo. 5 の走査電顕像によれば、気孔内面を構成する旧粉末粒子表面のなめらかな曲面の占める割合が大きく、粒子間の焼結ネックが引きちぎられている。光学顕微鏡で粒子境界が剝離したように見えるのも、変形がネックに集中しているためであろう。Photo. 5 を詳しく見れば、いずれも剪断破壊ではあるが、ネックの破断形式として、Fig. 2 に図解するような3種類が区別できる。すなわち、伸びてやせ細ったもの (矢印1)、細かなディンプル・

(a) After yielding

(b) After failure

Photo. 3. Surface of compact "E", polished and loaded.

Photo. 4 Section of fractured compact "E", lightly etched by nital.

Photo. 5 Fractograph of compact "E". Arrows indicate different types of failure of necks between powder particles illustrated in Fig. 2.

Fig. 2 Failure of neck between powder particles.

パターンを生じて連結したもの (矢印2)、および、ネックの最小断面に平行にすべり破断したもの (矢印3) である。

V 気孔の切欠効果

引張りによる焼結鉄の変形として破壊は焼結の度合いにかかわらず、内部では延性的であるが、表面では網目状に亀裂が発達することが分かった。このような表面と内部における変形・破壊挙動の差異は、両所における気孔の切欠効果の差異に起因していよう。たとえば、球状気孔による弾性応力集中率は、その気孔が表面上から十分に遠い場合に約2である。しかし、気孔と表面との距離が半

径よりも小さくなると、表面に近い側の応力集中率が増大し、とくに表面に接する極限状態では無限大に向う傾向を持つ⁹⁾。気孔周辺の塑性ひずみ分布については同様な検討を行なった例が見当たらないが、いずれにせよ、鋭い亀裂の発生が、内部ではそこを3次的に取り囲む基地の側からの拘束によって抑制され、表面ではそのような3次的拘束がないために容易になると考えられる。

したがって、焼結鉄のみならず溶製材料も含めて、一般に、ある程度以上の厚みを有する材料の引張り変形過程を論じる場合、単に試料表面のみの観察や、板に穴をあけた模型試料の挙動を根拠とするのでは不十分であり、内部の観察も合わせて行なうべきであろう。

VI 結 言

焼結鉄試料の引張り変形に伴って表面に発達する網目状の亀裂は、一部が試料内部に通じているほか、多くは

言わば試料表面に生じた浅い溝のようなものである。これに対して内部では、焼結の度合いが弱い場合、旧粉末粒界が剝離し、焼結の度合いが強い場合、気孔間の基地がくびれる。したがって、光学顕微鏡的には焼結の度合いによって破壊形式が異なるように見えるが、いずれも走査電顕によればディンプル・パターンやすべり破断面を呈する延性破壊である。このような表面と内部における変形・破壊挙動の差異は、内部では基地の側からの3次的拘束によって鋭い亀裂の発生が抑制され、表面ではそのような拘束がないために鋭い亀裂も抑制されないことによると考えられる。

文 献

- 1) 本田, 徳永: 粉体および粉末冶金, **18** (1972), 295.
- 2) 南雲: 第16回材料強度と破壊国内総合シンポジウム論文集, (1971), 104.
- 3) 小野寺, 豊島: 日本金属学会誌, **39** (1975), 648.
- 4) R. Terchek: Thesis, Univ. of Wisconsin (1972), 6.
- 5) 西田: 応力集中, 森北出版 (1971), 523.

会 告

講演募集——第16回窯業基礎討論会

共催予定: 粉体粉末冶金協会他

日時: 昭和53年2月6日(月), 7日(火)

会場: 都 内

テーマ: 1, 合成と物性

2, 準安定状態と安定状態

特別講演: R. C. Bradt 教授 (ペンシルバニア州立大学)

“Structural Aspects of Sub-Critical Crack Growth in Ceramics”

講演申込締切: 昭和52年9月17日(土)

- (1) 講演テーマ 1, 2 を指定 (今回は Short Comment なし)
- (2) 長時間の有益な討論が行えるようにポスターセッションを別室で開きますので、御希望の方はポスターセッションと指定して下さい。
- (3) 講演題目 (英文をつける)
- (4) 発表者 (ローマ字をつける。連名の場合は講演者に○印)

(5) 所属機関名 (英文をつける)

(6) 連絡先 (電話)

(7) 内容の概要 (約200字)

を官製葉書に記入してお申込み下さい。

要旨原稿締切: 昭和52年11月30日(水)

採択された講演については、原稿用紙および執筆要領を送付します。要旨は図表を含め、原稿用紙1ページ (約150字) です。

参加登録: 参加登録費 (講演要旨集1冊代を含む)

予約 3,000円 非予約 4,000円

予約申込締切: 昭和53年1月10日(火)

(1) 氏名 (2) 勤務先 (3) 連絡先 (〒, 電話) (4) 懇親会の出欠
を記入してお申し込み下さい。

懇親会: 昭和53年2月6日(月) 夕刻 講演会場
詳細は、12月号にて発表します。

講演申込先: 参加登録申込先

東京工業大学材料研究所 宗宮重行
(〒152) 東京都目黒区大岡山
電話 03-726-1111 内線2380