焼 結 鉄 の ヤ ン グ 率 に つ い て *

三 浦 秀 士 **, 徳 永 洋 一 **

Hideshi Miura and Youichi Tokunaga: Young's Modulus of Sintered Iron.

Young's modulus of sintered iron was measured by a composite piezo-electric quartz oscillator, which is one of the dynamic resonance means. This method gives better accuracy and reproducibility as compared with the mechanical bending test. Specimens ($4 \times 4 \times 40$ mm) were prepared from a carbonyl iron powder and various commercial iron powders, followed by compacting under $2 \sim 9$ t/cm², presintering for 20 min at 650°C and sintering for 0.1~30 hrs, at 800~1200°C in hydrogen.

The results obtained are summarized as follows:

Young's modulus of sintered iron, in general, increases with an increase of the density. Comparing specimens with the same density, Young's modulus of the Carbonyl sintered iron is considerably higher than that of the commercial sintered irons. The reason for this can be attributed to the existence of irregular pores in the commercial one.

Young's moduli of the specimens sintered at austenitic temperature are appreciably higher than those of the specimens with the same density, but sintered at ferritic temperature. (Received May 15, 1978)

I 緒 言

鉄系焼結機械部品, すなわち焼結鉄ないし焼結鋼には, つねに多少の気孔が残存しており, それらの機械的性質が密度(または気孔率)と良い相関関係を示すことも知られている。この意味で, 焼結密度は製品の機械的諸特性を非破壊的に表わす重要な指標と言える。しかし, 密度が同じでも気孔の大きさ, 形状, 分布などは原料鉄粉の種類, 加圧成形および焼結条件など, いわゆる粉末冶金的諸条件によって多様に変わり, それに伴う材質変化も大きい。従って, 材質評価を密度だけで行うことは不十分で, 他のなんらかの指標を見いだす必要がある。

そこで, ヤング率が材料の内部構造に敏感で, かつ非破壊的に測定しうることに, 他の機械的諸性質とともに材質評価の重要な特性値であることなどから, これに注目してみた。ただ, 焼結材でも, 鑄鉄と同様に機械的(静的)方法によってヤング率を測定すると, 最大負荷応力が大きくなるにしたがって, 値が直線的に減少する¹⁾と考えられるので, ここでは, 応力に依存しない真のヤング率を求める必要がある。そのためには動的測定法が適するわけであるが, 従来, これを焼結材について系統的に検討した例^{2,3)}はきわめて少ない。Pohl⁴⁾は超音波の伝播速度から焼結材のヤング率を求め, 次の実験式を提案している。

$$E = E_0(1 - m \cdot \epsilon)$$

ここで, E は焼結金属のヤング率, E_0 は同組成の緻

密材におけるヤング率, ϵ は気孔率, m は2.5~3.4程度の定数である。つまり, この式は気孔による内部切欠効果を m 値で定量化しようと試みた点で一応評価できる。しかし, ヤング率そのものが気孔の形状, 分布や基地組織によってどの程度変化するか, また, それらに間接的に影響すると思われる原料粉や加圧, 焼結条件などの要因については, 十分に検討されていない。ただ, 上記以外にも, 焼結鉄のヤング率を求めた実験式^{5,6)}はあるが, 大半は静的測定法によるもので, 応力レベルや測定精度などに問題がある。いずれにしても, 複雑な気孔組織をもつ焼結材の場合, 内部切欠効果を理論的に解析することは非常に困難であり, 現状では, 精度よくヤング率を測定し, それに基づいて材質的な諸要因を順次整理してゆくことが必要であろう。

そこで, 本報では, まずヤング率の測定法を検討したのち, カーボニル鉄粉と各種工業用鉄粉とを用いた焼結鉄について, ヤング率に関する基礎資料を得ようとするものである。

II 実 験 方 法

II-1 実験試料

原料鉄粉は粒径約 $5 \mu\text{m}$ のカーボニル粉と, 各種工業用粉として電解粉(マイロン PM-250, HVA-Star), 鉍

* 昭和51年11月本協会秋季大会にて一部発表, 昭和53年5月15日受理

** 九州大学工学部鉄鋼冶金学教室, 〒812 福岡市東区箱崎

石還元粉（ヘガネス NC-100-28），ミルスケール還元粉（KIP 255M），噴霧粉（アトメル 300M）を用いた。成形には，10 g/l ステアリン酸亜鉛のアルコール溶液を塗布した加圧断面積 4×40 mm の金型を用いて，試験片の最終的な高さがちょうど幅寸法と同じになるように，目標密度に応じて使用鉄粉量を調節した。圧粉成形には一部の試料を除いて単一加圧法を採用し，すべて水素雰囲気炉中で $650^\circ\text{C} \times 20$ min の予備焼結を施したのち，所定の温度で本焼結を行った。

本研究のように，実際の焼結機械部品の材質を判定するという目的からいえば，なるべく成形，焼結したままの試料について測定することが望ましいが，とくに，試料断面寸法が本測定装置に使われている水晶振動子の断面寸法 (4.0×4.0 mm) より大きすぎると，振動が不安定もしくは不規則になり，測定値がバラつく傾向にあった。そこで，成形時になるべく試料の断面寸法が水晶のそれに近くなるよう，焼結による寸法収縮を考慮して使用鉄粉量を調節した。しかし，カーボニル粉の場合などは，とくに低圧成形の場合に，焼結による寸法収縮が著しく大きいので，あらかじめ大きな金型 (8×40 mm) で成形し，焼結後，研削した試料を測定に供した。なお，試料の表面研削による測定値への影響は認められなかった。

II-2 ヤング率測定法の検討

ヤング率の測定法としては，前述したように静的測定法と動的測定法に大別できるが，まず，両者の比較検討を行ってみた。

静的測定法とは引張り試験や曲げ試験などによって，降伏点以下の応力 σ に対するごくわずかな歪 ϵ を測定し，ヤング率を $d\sigma/d\epsilon$ として求めるものであるが，多孔質の焼結金属では，溶解金属などに比べてきわめて低い応力で塑性変形が始まり，測定時の各荷重に達したあとも伸びの進行は停止しない。このような現象は気孔率にもよるが，本田⁷⁾らも指摘したように，みかけの降伏点より

はるかに低い応力 5.0 kg/mm^2 でも現われるから，結果として，真の値よりも低いヤング率を測定していることにもなる。

そこで，できるだけ低い応力を用いて，どの程度正確にヤング率を測定できるかを調べるため，Photo. 1 に示すような一端固定曲げ試験によってカーボニル焼結鉄のヤング率を測定してみた。これは，圧縮と引張り応力を受ける試料両面にストレインゲージを貼って，一端を固定し，他端に上方から荷重を加える方法で，このときのたわみ量は応力棒直下のダイヤルゲージで測定して，荷重-たわみ量曲線の補正を行った。Fig. 1 では参考までに溶製材 (0.006% C 極軟鋼) の試料で得られた測定結果も示してあるが，この場合は，従来，報告されている

Photo. 1 Apparatus for the bending test of cantilever.

Fig. 1 Load-deflection curves of extra soft steel and carbonyl powder compact, sintered at 1200°C for 1 hr. (density: 7.3 g/cm^3)

ヤング率の値だけでなく、後述するような本研究で採用した縦振動法で得られる値ともよく一致している。したがって、この一端固定曲げ試験法でも精度よくヤング率を測定できることになる。しかし、焼結鉄試料の場合は、Fig. 1 に示すようにほとんど塑性変形が生じないと思われる 2 kg/mm^2 以下の応力範囲にもかかわらず、縦振動法で得られる値 ($18.02 \times 10^3 \text{ kg/mm}^2$) に比べて約10%程度低い値を示している。これは要するに、多孔質焼結鉄の場合はきわめて低い応力域でもすでに塑性変形が起こるという従来の報告を再確認したことにもなる。

そこで、本研究では動的測定法の1つである高周波 (70kHz) 縦振動法を採用することにした。これは複合水晶振動子法⁹⁾ともよばれるもので、Photo. 2 に示すように、駆動と検出のための2個の水晶からなる振動子に、まず角棒状の試料を接着剤 (サリチル酸フェニル) でとりつけたのち、水晶駆動振動子に電圧を加え、圧電効果を利用して水晶を励起する。これにより生じた振動は試料に伝播して、両水晶と試料が全体として1つの複合振動子となって共振し、その共振周波数を水晶受信振動子で取り出すものである。本測定では駆動と検出のための両水晶の固有振動数を互いに0.02%まで一致させなければならないが⁹⁾、この事情は試料と両水晶間における固有振動数についても同じであろう。つまり、両者に差異があれば、系全体としては互いに干渉し合った結果の共振周波数を示すことになり、試料の真の固有振動数を表わし得ないからである。ただ、試料と水晶の固有振動数を完全に一致させることは困難であるだけでなく、従来、しばしば採用されている、次の近似式^{8,10)}を用いても安

定したヤング率の値は得られない。

$$(m_q + m_s) \cdot f_t = m_q f_q + m_s f_s$$

ここで、 f_t は系全体の固有振動数、 f_q, f_s はそれぞれ水晶 (69920 Hz) と試料の固有振動数、 m_q, m_s は駆動と受信水晶 (各 1.60 g) ならびに試料の重さである。ただ、この近似式は f_q と f_s との差が5%以内の場合に成立するとされている。これを確かめるために、例えば Fig. 2 に用いた3個の試料 (長さ: 3.291~3.402 cm, 重さ m_s : 3.415~3.530 g) について、実測値 f_t とともに上式に代入して f_s を計算し、ついでヤング率を求めた結果、 $14.82 \sim 15.05 \times 10^3 \text{ kg/mm}^2$ の値が得られた。つまり、この例では、 f_q と f_s の差が1~2%であるにも拘らず、ヤング率は完全には一致しない。

そこで、本研究では以下の方法を採用した。すなわち、あらかじめ共振と思われる長さに試料を切断して、水晶振動子の上にとりつけ、系全体の共振周波数 f_t を測定したのち、再び、試料の一端をわずかに研削して測定を繰り返す。この操作を3回行って、試料の長さ l と f_t との関係を求めてみると、Fig. 2 に例示するように良好な直線が得られ、かくして水晶の固有振動数 $f_q = 69920 \text{ Hz}$ に対応する試料の長さ l_r を読みとり、次式によりヤング率 E を決定した。

$$E = (2l_r f_q)^2 \rho \times 10^{-8} \quad (\text{kg/mm}^2)$$

ここで、 ρ は試料の密度 (g/cm^3) である。

なお、試料の最大歪振幅 ϵ は受信振動子に発生する電圧 V_g を測定し、次式⁹⁾により求めた。 c は常数、 h は振動の次数である。

$$\epsilon = ch V_g$$

その結果、本実験ではいずれも $\epsilon = 10^{-6} \sim 10^{-5}$ 程度で、これを応力振幅として換算しても 100 g/mm^2 以下に相当するから、本測定では応力振幅に依存しない範囲でのヤング率が求まることになる。ちなみに、焼結銅におけるヤング率の応力振幅依存性を調べた報告²⁾によると、最大歪振幅が 10^{-4} 位まではヤング率が一定であり、また、鋳鉄における動的ヤング率の測定結果^{11,12)} から

Photo. 2 Apparatus for the measurement of Young's modulus utilized the longitudinal oscillation.

Fig. 2 Relation between specimen's length and resonance-frequency.

同様なことが指摘されている。

以上、要するに、本ヤング率測定法は供試材の寸法が焼結機械部品のそれに近い小型で、かつ常温で簡単に測定でき、しかも測定値の精度、再現性ともにきわめて良好であると結論できる。

Ⅲ 実験結果および考察

Ⅲ-1 カーボニル粉を用いた焼結鉄

焼結性が良く、均一な気孔組織が得られるカーボニル鉄粉を用いて、各焼結条件によるヤング率の変化を調べてみた。Fig. 3 に焼結温度によるヤング率の変化を示す。試料は成形圧力 7.0 t/cm^2 の圧粉体を用いて、予備焼結後 $700 \sim 1200^\circ\text{C}$ までの温度で各1時間ずつ焼結を施したものである。同図中に併示している密度変化と対応させてわかるように、ヤング率はカーボニル粉の特徴ともいえる α 域高温側における焼結密度の急上昇を良く表している。このような対応は焼結温度だけでなく、焼結時間を変化させた場合でも同様である。すなわち、Fig. 4 は α および γ 域において、それぞれ1時間焼結を施した

Fig. 3 Effect of sintering temperature on Young's modulus and sintered density of carbonyl iron powder compacts, pressed under 7.0 t/cm^2 and sintered for 1 hr.

Fig. 4 Effect of sintering time on Young's modulus and sintered density of carbonyl iron powder compacts, sintered at 850°C and 1200°C in hydrogen.

場合に 7.0 g/cm^3 の焼結密度になるよう調節した同一圧粉体を用いて予備焼結後、 α 域と γ 域の両温度で $0.1 \sim 24$ 時間の焼結を行ったときのヤング率と密度の変化を示す。この場合も前掲の Fig. 3 と同様に、ヤング率は α 域高温側の焼結で密度とともに急速に上昇するが、 γ 域では焼結温度や時間による変化が少ないこともわかる。

次に成形圧力を変えて、 α および γ 域の代表的な温度として 800°C と 1200°C を選び、各1時間ずつ焼結し、密度とヤング率の関係を調べた結果が Fig. 5 である。両者の間にはきわめて良好な直線関係が認められ、かつ、 α および γ 域焼結で得られる両直線を溶解純鉄の密度に相当する 7.87 g/cm^3 まで外挿すると、その実測値にほぼ到達している。しかも、1時間程度の焼結では、同一密度と比較して、ヤング率は明らかに γ 域焼結材の方が α 域のそれより大きいことも注目されるが、この理由については、次報で気孔組織、結晶粒の大小、結晶の優先方位など種々の要因を考慮しながら、詳細に検討したい。

Ⅲ-2 各種工業用鉄粉を用いた焼結鉄

次に5種類の工業用鉄粉を用いた焼結鉄について、ヤング率の測定を行った。結果を Fig. 6 にまとめて示す。

Fig. 5 Relation between Young's modulus and sintered density of carbonyl iron powder compacts, sintered at 800°C and 1200°C for 1 hr in hydrogen.

Fig. 6 Relation between Young's modulus and sintered density of commercial iron powder compacts, sintered at 1100°C for 1 hr in hydrogen. (hatching data from D. Pohl⁴⁾)

いずれの鉄粉においても、同一密度で比較して、やはり α 域焼結よりも γ 域焼結の試料で若干ヤング率が高くなる傾向はあったが、両者の差異は前述のカーボニル粉を用いた場合に比べて小さいことがわかった。Fig. 6には、 γ 域 1100°C で1時間焼結した試料のみについて、各種鉄粉のデータをまとめて示す。なお、同図には比較のため、カーボニル焼結鉄（前掲 Fig. 5）と Pohl⁴⁾による焼結鉄および鋳鉄のデータも併示してある。まず、焼結鉄のヤング率は同一密度で比較して、球状黒鉛鋳鉄と片状黒鉛鋳鉄の間にあるが、同じ焼結鉄でも、工業用粉を用いた試料のヤング率は全体としてカーボニル粉のそれに比べてかなり低く、また密度に対するヤング率の変化が直線的でなく、7.0 g/cm³以下の範囲では曲線を呈している。この理由としては、カーボニル焼結鉄の場合、焼結性がきわめて良好で低密度においても、すでに気孔の球状化が進み、ヤング率の上昇には、たんに気孔量の減少に伴うマトリックスの有効断面積の増加分だけ効いてくるので、直線的な変化をたどるものと思われる。一方、各種工業用粉を用いた焼結鉄試料では、カーボニル粉のそれに比べて、とくに低密度側で焼結性がはなはだ悪く、密度上昇とともに急速に気孔の球状化が進むために、それに対応してヤング率が上昇するものと考えられる。

Photo. 3 Microstructures of iron compacts, formed from several types of powder, and sintered at 1100°C for 1 hr. (density: 6.9 g/cm³)

さらに各種工業用粉を用いた焼結試料間で比較すると、同一密度でヤング率が最も高いものは鉍石還元粉、一方、最も低いものは噴霧粉を用いた場合であった。これに関して、Photo. 3 からわかるように、同一密度において鉍石還元粉を用いた試料では、気孔のサイズが他の工業用粉に比べて小さく、ほぼ均一に分布し、一方、噴霧粉の試料では気孔が異常に大きく、しかも形が角張っていることが特徴である。すなわち、これら気孔組織の違いがヤング率の差となって現われていることを示唆する。

なお、鉍石還元粉は一般に不純物をかなり含んでいるが、ヤング率に及ぼす影響は気孔のそれに比べて無視し得るものと思われる。この点については続報¹⁾で明らかにように、炭素や合金元素を加えたり、熱処理を施した焼結鋼においても、ヤング率は気孔率と気孔形状によって決定的に左右されるからである。

IV 結 言

焼結鉄のヤング率を正確に求めるために、まず、静的測定法と動的測定法とを比較検討した結果、前者による測定値は後者のそれより小さく、この理由として、多孔質な焼結鉄では、従来、引張り試験などによって指摘されている応力より、かなり低い応力でも塑性変形が始まるためと考えた。そこで、応力振幅 100 g/mm² 以下で動的に測定できる高周波縦振動法（ピエゾ式）を採用することにより、得られるヤング率の測定値が再現性、精度ともにきわめて良好であり、かつ供試材の寸法も一般の焼結機械部品のそれに近いことから、この種の材質判定に有効であると結論した。以下、本測定法により、カーボニル粉ならびに各種工業用粉の焼結鉄試料についてヤング率を測定した結果、つぎのようなことがわかった。

一般に、焼結鉄のヤング率は密度の増加とともに上昇するが、同一密度で比較して、カーボニル焼結鉄は工業用粉を用いた場合に比べて、明らかに大きな値を示し、密度との関係は良好な直線関係を示す。これはヤング率に対して、粉末特性である焼結性、ないし気孔組織、とくに次報でも述べるように、気孔の球状化による影響が大きいことを示唆するもので、各種工業用粉を用いた試料間でも、鉄粉の種類によるヤング率の差異が認められた。

なお、1時間程度の焼結では、同一密度で比較して、 α 域焼結に比べ γ 域焼結を施した試料のヤング率がつねに大きいこともわかったが、この点については次報でふれることにしたい。

文 献

- 1) 塩田, 小松: 鋳物, **43** (1971), 375.
- 2) 佐藤, 桜井: 日本金属学会誌, **29** (1965), 335.
- 3) G. Artusio, V. Gallina *et al.*: Powder Met., **9** (1966), 89.

- 4) D. Pohl: Arch. Eisenhütt., **40** (1969), 647.
- 5) G. Pusch, H. Stroppe and W. Schatt: Plansee. Pulver., **16** (1968), 178.
- 6) G. Pusch and W. Schatt: Powder Met. Inter., **3** (1971), 21.
- 7) 本田, 徳永: 粉体および粉末冶金, **18** (1972), 295.
- 8) J. Marx: Rev. Sci. Instr., **22** (1951), 503.
- 9) 長崎編: 金属物理実験室, アグネ (1964), 255.
- 10) 土井, 富士原, 大沢, 三宅: 三菱金属技報, **17** (1973), 1.
- 11) 杉本, 茨木: 日本金属学会誌, **25** (1961), 448.
- 12) 松井, 高橋, 寄高: 鋳物, **45** (1973), 508.
- 13) 三浦, 坂本, 徳永: 昭和53年本協会秋季大会にて発表

会 告

第3回 国際フェライト会議

The 3rd International Conference on Ferrites 1980

期 日: 昭和55年 9月30日(火)~10月 3日(金)

会 場: 国立京都国際会館

主 催: 社団法人 粉体粉末冶金協会

第3回国際フェライト会議が1980年 9月30日(火)~10月 3日(金)に京都で開催されますのでご案内申し上げます。この会議では世界の各国からあらゆる分野の研究者と技術者の参加を得て、フェライトを主題とした研究業績の発表と意見の交換が行われます。この会議の第1回は1970年日本で開催され、第2回は1976年フランスにおいて開催されました。

会議の主題

この会議の主題は、フェライトを主体とする磁性化合物の学問と応用であります。しかし、これらの領域の知識と技術に密接な関連をもつ隣接分野も包含いたします。その内容は次のとおりです。

1. 磁性, 電子構造などの物理的研究
2. 化学反応, 相平衡, 結晶化学などの化学的研究
3. 結晶成長, 焼結および組織
4. 磁気記録媒体およびヘッド材料とその関連分野 (金属微粒子, 非晶質を含む)
5. バブル磁区磁性材料その他磁気記憶媒体とその関連分野
6. 高周波磁性, ジャイロ磁気, 磁歪, 光磁気およびそれらの応用
7. 永久磁石 (金属間化合物を含む)
8. 微粒子, 薄膜
9. 原料, 製造方法, 製造設備
10. 磁気分離, 環境技術
11. 触媒, 電気化学的応用
12. 生物学的应用, その他

論 文

この会議における研究発表は招待論文 (20~40分) と

採択された原著投稿論文 (10~15分) が主体となります。その他必要に応じてワークショップ, パネル討議, ポスターセッションなどを予定しております。

言 語

講演発表および論文は英語といたします。ただし、同時通訳までも含めたランゲージサービスを考慮しております。

論文集

この会議の論文集は1981年 5月頃に刊行される予定です。

展示および工場見学

この会議の期間中に展示会を開催します。また会議のあとに工場見学を予定しております。

諸行事

この会議の期間中にウェルカムパーティー, 晩餐会, レディスプログラム, エクスカーションなどが行われます。

スケジュール 次のとおり予定しております。

1979年 9月	第2回サーキュラー発送 (論文申込みおよび展示申込み方法など記載)
1980年 4月末日	投稿論文のアブストラクト提出締切
1980年 6月中旬	投稿論文の採択通知
1980年 7月末日	予約割引参加申込み締切, 論文集の原稿締切
1980年 8月中旬	第3回サーキュラー発送 (会議のプログラムなど記載)
1980年 9月30日
~10月 3日	第3回国際フェライト会議
1981年 5月	論文集刊行

本会議の前後に日本で開催される関連の国際会議

第15回	半導体物理学国際会議	1980年 9月 1日(月)
~ 9月 5日(金), 国立京都国際会館
第4回	磁気バブル国際会議	1980年10月 7日(火)
~10月 9日(木), 東京, 予定
第2回	日ソ強誘電体会議	1980年 9月 5日(金)
~ 9月10日(水), 東京, 予定

連絡先: 〒338 浦和市中大久保255

埼玉大学工学部 電子工学科内

第3回国際フェライト会議事務局

杉本 光男

電話 0488-52-2111, 内線 710, 719