研究

静的引張試験における焼結炭素鋼の破壊挙動*

沖 幸男**, 秋山 敏彦**, 庄司啓一郎***

Sachio Oki, Toshihiko Akiyama, and Keiichiro Shoji: Fracture Behaviour of Sintered Carbon Steels.

A Study has been made on the fracture behaviour of sintered carbon steels under static tensile stress. The specimens containing 0.2, 0.4, and 0.8 mass% carbon were made from atomized iron powders of different particle size (+145, -145+250, and -250 mesh).

The microscopic fracture appearance of sintered carbon steel was ductile fracture in necks between particles, and depended on the microstructure of matrices. The apparent porosity in projected fracture surface was much higher than the value predicted by the porosity of specimen.

Scanning electron microscopic examination of fracture surfaces showed an evidence of six distinct modes of fracture; i.e. (a) tear ridge, (b) dimple, (c) lamellar dimple or midrib dimple, (d) tearing off of cementite plate, (e) cleavage with inter phase separation, and (f) cleavage.

The apparent porosity in projected fracture surface reflects these fracture modes, therefore gives an information on the fracture behaviour of sintered steels.

(Received February 25, 1983)

I 緒 言

焼結材料の機械的性質を評価するための、種々の理論式、あるいは実験式が提唱されてきた¹⁾。しかし、これらの多くは、主として多孔率のみに着目して導かれたものである。

一方、鉄系焼結機械部品は、需要の拡大に伴い、材質的にもさらにすぐれたものが要求されつつある。これにに応じて、高密度化と同時に合金元素の添加や熱処理による機械的性質の改善が計られている現状では、気孔のみならず、基地組織の影響も考慮した機械的性質の評価法が必要となってくる²⁾。

このような評価法に関する基礎的知見を得るため、原料粉粒度ならびに炭素量を変化させた焼結炭素鋼の静的引張試験を行い、変形破壊挙動に及ぼす基地組織の影響について、その破面形態に着目して検討した。

II 実験方法

II-1 試料調製法

本研究に用いた原料粉末は、噴霧鉄粉および天然黒鉛粉であり、その化学組成ならびに粒度分布を Table 1 に示した。

原料鉄粉を、+145, -145, +250 および -250 mesh (それぞれ >105, 105~63 および <63 μm) にふるい分

けし、それぞれの粒度について焼結後の炭素量が、0.2, 0.4 および 0.8% となるよう黒鉛粉末を添加混合した。

加圧成形は、JSPM 標準引張試験用金型を用い、原料鉄粉粒度の違いによらず焼結後の試験片の密度が同じになるよう、578~617 MPa で行った。なお、成形に際し、10%ステアリン酸亜鉛-トリクロロエチレン溶液を、潤滑剤として金型に塗布した。

焼結は、1423 K, 3.6 ks, 真空中 ($\approx 10^{-2}$ Pa) で行い、焼結後炉冷した (平均冷却速度: 0.06 K/s)。

Table 1 Properties of powders.

Powder	Chemical composition / mass%	Particle size distribution / mass% in mesh
Atomized iron powder	C 0.006 P 0.008 S 0.013 Si Tr. Mn 0.20	+100 7.1
		-100 +145 17.0
		-145 +200 25.1
		-200 +250 12.7
		-250 +300 13.2
		-300 +350 3.3
Graphite powder	Purity 99.5	-350 21.2
		Mean particle size 6.0 μm

* 昭和55年5月本協会春季大会(東京)にて一部発表, 昭和58年2月25日受理。

** 姫路工業大学金属材料工学教室。〒671-22 姫路市書写2167

*** 大阪大学工学部金属材料工学教室。〒565 吹田市山田丘2-1

† 本報で示す組成は、すべて質量百分率で示す。

Table 2 Properties of specimens.

Series	A			B			C		
Designation	2A	4A	8A	2B	4B	8B	2C	4C	8C
Carbon content / mass%	0.2	0.4	0.8	0.2	0.4	0.8	0.2	0.4	0.8
Particle size of iron powder / μm , (mesh)		>105 (+145)			105~63 (-145+250)			<63 (-250)	
Compacting pressure / MPa		578			598			617	
Density / Mgm^{-3}		7.05 ± 0.05			7.05 ± 0.05			7.05 ± 0.05	
Porosity / vol.%		10.4 ± 0.07			10.4 ± 0.07			10.4 ± 0.07	
Mean pore size / μm		8.8 ± 0.06			8.2 ± 0.06			4.6 ± 0.06	
Mean free distance between pore / μm		79 ± 0.5			74 ± 0.5			41 ± 0.5	
Grain size / μm		29 ± 0.2			25 ± 0.2			15 ± 0.2	

II-2 顕微鏡組織

焼結後の試験片の微視組織および気孔組織を、光学顕微鏡で観察し、結晶粒度、気孔の大きさならびに分布状態を線分析法により測定した。なお、気孔組織顕出のための試料研磨は、腐食と研磨をくり返し行う方法³⁾によった。

II-3 静的引張試験

静的引張試験は、JSPM 標準引張試験片を用い、最大容量 49 kN のインストロン型万能材料試験機を使用し、クロスヘッドスピード 1.67×10^{-5} m/s で行った。試験に際して、標点間距離 25 mm の伸び計を試験片に装着した。なお、試験は、各試料につき少なくとも 4 本の試験片を用いて行った。

II-4 破面観察および破断部断面の観察

引張試験後の破面を走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察し、また破断部の軸方向断面の気孔組織を光学顕微鏡により観察し、それぞれ点算法によって定量的に解析した。

III 実験結果および考察

III-1 供試材の性質

得られた試料の諸性質を、Table 2 に示した。密度は、いずれの粒度においても等しくなっているが、原料粉粒度が小さくなるに従って、すなわち、A, B, C 材の順に気孔が小さく密に分布している。基地組織は、炭素鋼の焼なまし組織であり、いずれの試料においてもフェライト・パーライト組織で、炭素量の増加に伴ってパーライト量が増えている。また、基地組織の結晶粒度は、原料粉粒度が小さくなるに従って小さくなっている。

原料鉄粉が細かいほど、鉄粉を構成する結晶粒径が小さく、また焼結中の結晶粒成長は、気孔によって抑制される。したがって、この両者の効果により、焼結体の結晶粒度に差が生じたと考えられる。

III-2 静的引張性質

静的引張試験の結果を Fig. 1 に示した。降伏強さ $\uparrow$ 、あるいは 0.2% 耐力 $\uparrow$ (σ_{ps}) および静的引張強さ (σ_{uts}) は、いずれも炭素量の増加に伴って、高くなっている。原料粉粒度の違いによる σ_{ps} の差は、ほとんど認められない。また、 σ_{uts} においても、炭素量の少ない領域、すなわち、基地組織の強度水準の低い領域では、 σ_{ps} と同様原料粉粒度の違いによる差は、ほとんど認められないが、基地組織の強さが大きくなるとその差が大きくなり、原料粉粒度の小さいほど高い値を示すようになった。

一方、伸びは、いずれの炭素量においても原料粉粒度の小さいものほど大きく、A, B, C 材の順に大きくなっている。

Fig. 1 Static tensile properties of sintered carbon steels.

$\uparrow$ 多孔質焼結材料の降伏点に関しては、種々議論のある所ではあるが、ここでは荷重-伸び線図に急激な折れ曲りの生じている点を降伏点とした。また、0.2%耐力の測定に際しては、その弾性率が問題となるが、これは、荷重-伸び線図のほぼ弾性域と見なされる直結部分の傾きから求めた。

Fig. 2 Stress-strain curves of sintered carbon steels. Arrows at A, B, and C show the fractured point of specimens, series A, B, and C respectively. Slant arrows indicate pseudo yield point (a) and general yield point (b).

このような、原料粉粒度の違いによる静的引張性質の差は、気孔形態の違いと、結晶粒径の差の両者の影響によると考えられる。そこで、この静的引張性質の相違を検討するため、Fig. 2 に応力-ひずみ線図を示した。焼結鋼においても、0.2% C および 0.4% C の試料においては、軟鋼溶製材の降伏現象と類似の応力の低下あるいは停帯が見られる (Fig. 2 の a 点)。

一般に、溶製材の場合、この降伏伸びの領域において、応力は一定であり、その応力は、結晶粒径が小さい程高くなる。また、この降伏伸びの大きさも結晶粒径に依存し、結晶粒が小さくなるに従って大きくなることが知られている⁴⁾。

焼結鋼の場合、この降伏伸びに相当する部分においても、応力は幾分上昇しており、その上昇の程度は、A 材より C 材の方が大きい。その結果、降伏点 (a 点) の応力は、原料粉粒度にかかわらずほぼ等しいが、降伏伸びから加工硬化過程へ移行する b 点の応力は、C 材で幾分高くなる傾向を示している。

このことは、次のように考えることができる。このような材料の降伏は、気孔による応力集中部で起こり、気孔の大きさ、気孔間の平均距離に差があっても、個々の気孔形状が同じであり、その分布形態が相似的であれば応力集中の程度は同じである。このため a 点の応力には、差が現れない。一方、基体組織中をリュースダース帯が拡がって行くために必要な応力は、結晶粒度に依存し、このため、降伏伸び領域から加工硬化領域の移行する b 点の応力は、結晶粒の小さい C 材で大きくなる。

したがって、a 点と b 点の間では、応力集中の程度の大きな領域から順次降伏して行くため、このような応力の上昇が応力-ひずみ線図に現われるものである。

次に、加工硬化過程における応力-ひずみ線図は、原料粉粒度の違いによらず、ほぼ重なっている。また、Photo. 1 に示した破断後の試験片断面から明らかなように、局部

Photo. 1 Macroscopic appearance of fractured sections.

的なネッキングは認められず、応力-ひずみ線図における最高応力の点と試験片の破断応力は、ほぼ一致している。さらに、破断後の断面における多孔率は、破断部のごく近傍で 19~20%、破断部より少し離れた点から試験片全体にわたっておよそ 15% となっており、この多孔率は、原料粉粒度、炭素量にかかわらずほぼ等しい。

このことから、加工硬化過程における変形挙動に関し、原料粉粒度の違いによる差は認められず、静的引張強さの差は、破断部の延性に依存していると考えられる。

III-3 破面形態

SEM による破面観察の結果を Photo. 2 に示した。破断部の巨視的様相が、ネッキングを伴わない、比較的平坦な脆性的特徴を持ったものであるのに対し、その微視的様相は、ディンプルパターンを主体とした延性的なものである。さらに、破面上に現われる気孔の内面、すなわち破面上の多孔率は、Photo. 1 に示した断面観察の結果から予想されるより著しく多くなっている。

この破面上の多孔率、 P_A を測定した結果を Fig. 3 に示した。試料の多孔率がおよそ 10%、破断後の断面に現われる多孔率が、破断部近傍で 19~20% であったのに対し、破面上の多孔率、 P_A は、強度が高く延性の小さい

Photo. 2 Fracture appearance after static tensile test.

Fig. 3 Apparent porosity in projected fracture surfaces.
 (i) : Initial porosity of specimens.
 (ii) : Porosity of fractured sections.
 (iii) : Porosity of fractured sections in the vicinity of fractured surface.

0.8% C の試料においても 65~75%, 強度が低く延性の大きな 0.2% C の試料においては, 75~93% にも達しており, いずれの強度水準においても, 原料粉粒度の大きな A 材が小さく, 原料粉粒度の小さい C 材が最も大きな値を示している. この傾向は, 試験片の伸びとよく対応している.

このような, 破面上の多孔率と静的引張強さとの間の関係について, Exner ら⁹⁾ は, 気孔による有効断面積の減少による引張強さの低下という観点から検討し, Fig. 4-(b) に示すモデルによって説明している. すなわち, 試

Fig. 4 Schematic diagrams to illustrate the measurement of porosity (a), and the models of pore coalescence (b), (c).

料の多孔率 P は, Fig. 4-(a) に示すように, 線分 A-A' 中に占める気孔の割合で表わされる. 一方, 実際の破壊は, Fig. 4-(b) に示すように最もつながりやすい気孔をつなぐような形で生じ, このため有効断面積減少の割合は, $1-P$ より大きくなる. しかしながら, 焼結鉄の引張り強さは, このモデルから予想される値より小さく, その理由として, 変形過程において気孔からき裂が生じること, および気孔による応力集中の影響をあげている.

さて, 延性破壊の機構については, 古くから多くの検討がなされており⁹⁾, ボイドの連結機構から, 1) 内部ネッキング⁷⁾, 2) せん断クラック⁸⁾ および 3) ボイドの成長⁹⁾ などの説が提案されている. また, 奥野ら¹⁰⁾ は, ランダムに分布する円形ボイドの連結についてシミュレーションを行っており, ボイドの間隔が狭い場合, すなわちボイドの体積率が大きいときには, 内部ネッキングが支配的であり, ボイドの間隔が広がると, すなわちボイドの体積率が小さくなると, せん断クラックが生じやすくなることを示している. また, 本研究の試料のように, 多孔率が 10% 程度の場合には, ほとんどのボイドが内部ネッキングにより連結し破断に至ることが示されている.

そこで, このような観点から個々の破面を検討すると, Photo. 3 に示すように, その形態から六つに分類することができる. また, これを模式的に表わすと Fig. 5 のようになる. Fig. 5 の (a)~(f) は, それぞれ Photo. 3 の (a)~(f) に対応したもので, Fig. 5 において点線は, 試験前のネック部の形状を, 実線は破断後の形状を示している. Photo. 3 より明らかなように, (a), (b) および (c) においては, 気孔内面に多くのすべり模様が認められ, ネック部で大きな塑性変形を伴っている. したがって, 気孔に着目すると, Fig. 5-(a), (b) および (c) に示したように気孔が大きく拡がることになる. これに対し, (d), (e) および (f) の破面において, 塑性変形のあとがほとんど

Fig. 5 Schematic diagrams to illustrate the microscopic fracture appearance of sintered carbon steels. (a)~(f) correspond to (a)~(f) in Photo. 3.

Photo. 3 Microscopic fracture appearance after static tensile test.

ど認められず、気孔も拡がらない。

このような破面形態は、試験片の基地組織と密接な関係がある。すなわち、(a)および(b)は、いずれもフェライト部の破面形態であり、炭素量の少ない試料で多く見られるものであるが、0.2%Cの試料においても、基地組織の延性が大きいC材では、(a)の破面がA材に比べ多く認められた。(c)、(d)および(e)は、パーライト部の破面形態であり、炭素量の増加に伴って延性的な(c)の破面が少なくなり、より脆性的な(d)、(e)の破面の割合が多くなっている。また、C材に比べA材で(e)の破面が幾分多く認められた。さらに、(f)は、フェライト部におけるへき開破面であり、室温での静的引張試験においてもこのような破面がしばしば認められることは、気孔と基地組織との関連において、局部的に複雑な応力状態を生じていることを示唆するものである。

すなわち、ネック部での破壊は、基地組織の微視組織的因子ならびに応力状態に依存し、基地組織の延性が大きいほど破面上に現われる気孔内面の割合、破面上の多孔率が大きくなる。これは、焼結鋼の破壊が Fig. 4-(c)に示したように、主として気孔と気孔との内部ネッキングによる連結で起こり、その結果、破面上の多孔率が断面観察の結果から予想されるより著しく多くなることを示している。

したがって、このような多孔質焼結材料の破壊機構を検討する場合、Photo. 3に示したような個々の破面形態の生じている割合について、定量的に検討することが望まれるが、これら個々の破面形態の割合は、破面上の多孔率 P_A に反映されるため、この P_A が焼結鋼の破壊挙動を検討するための一つの指標になり得ると考える。

IV 結 言

原料鉄粉粒度ならびに炭素含有量を変化させた焼結炭素鋼を用いて、静的引張試験を行い、焼結鋼の変形破壊挙動に及ぼす気孔の基地組織の影響について、主としてその破面形態に着目して検討した。

焼結鋼の破面は、巨視的にはネッキングを伴わない比較的平坦な脆性的特徴をもったものであるが、その微視的様相は、ディンプルパターンを主体とした延性的なものである。さらに、破面上に現われる多孔率 P_A は、断面観察の結果から予想されるより著しく大きい。この破面上の多孔率は、気孔と気孔との間のネック部の微視的破壊機構を反映しているため、焼結材料の破壊挙動を検討する上で、一つの指標となり得る。

おわりに、本研究に際し、原料鉄粉を提供していただいた株式会社神戸製鋼所に対し、深謝いたします。

文 献

- 1) たとえば集録として、徳永：日本金属学会会報，**11** (1972)，353.
- 2) 川北：鉄系焼結材料の強度向上に関するシンポジウム講演概要集，(1972)，25.
- 3) 沖，庄司：粉体および粉末冶金，**28** (1981)，105.
- 4) W. B. Morrison: Trans. ASM, **59** (1966)，824.
- 5) H. E. Exner & D. Pohl: Powder Met. Inter., **10** (1978)，193.
- 6) たとえば集録として、武智：日本金属学会会報，**12** (1973)，845.
- 7) P. F. Thomason: J. Inst. Metals, **96** (1978)，360.
- 8) M. Nagumo: Acta Met., **21** (1973)，1661.
- 9) F. A. McClintock: J. Appl. Mech., **35** (1968)，363.
- 10) 奥野，三浦：日本金属学会誌，**44** (1980)，1370.