焼結鉄および焼結鉄合金の疲労強度の統計的处理*

本 田 忠 敏**, 村 井 誠***,
金 子 勝比古****, 黒 木 英 憲*****

Tadatoshi Honda, Makoto Murai, Katsuhiko Kaneko and Hidenori Kuroki:
Statistical Analysis for Fatigue Strength of Sintered Iron and Alloy Compacts.

Statistical analysis of fatigue strength distribution of sintered smooth specimens prepared from electrolytic iron (Fe) powder, Fe-1 mass% graphite (Fe-1 mass% C) and Fe-5 mass% Cu compacts was investigated by the Probit method. The results were summarized as follows:

P-S-N curves for Fe compacts with different density levels, and Fe-1 mass% C and -5 mass% Cu compacts were obtained. Variation coefficients of fatigue strength for Fe compacts and two alloy compacts were within 4.5 to 9.9% and 5.6 to 8.7%, respectively. The scatter in fatigue strength of Fe compacts increased as the sintered density became lower. The inclined parts of S-N curves for Fe-C and -Cu compacts in the stress amplitude range from 196.1 to 274.6 MPa were no significant difference and therefore S-N curves for both the compacts were estimated to be the same.

It was found that the variation coefficients of fatigue strength for smooth specimens of sintered Fe and alloy compacts were smaller than those of cast steel and larger than those of carbon and alloy steels for machine structural use.

(Received October 3, 1985)

I 結 言

鉄系焼結材料の疲労強度のばらつきに対する実用的重要性は、今後、一層増大すると考えられ、従来の一応片、一試験片による疲労試験結果では、材料間の特性の比較や設計基準データとしては極めて不十分といわざるを得ない。溶製材料の分野では、すでに信頼性工学の見地から統計的疲労試験データが蓄積されている¹⁻⁵⁾が、鉄系焼結材料では見当たらない。

著者の一人は前報⁶⁾で電解粉砕粉を用いた焼結密度の異なる鉄圧粉体の疲労寿命分布を求めた結果、この場合の焼結鉄の疲労寿命分布形は正規分布であり、そのばらつきの変動係数は2~6%の範囲にあることを明らかにした。

そこで、今回は電解粉砕粉を用いた焼結密度の異なる鉄圧粉体ならびに電解粉砕粉に1mass%黒鉛および5mass%銅を添加した焼結鉄合金の疲労強度を求め、その結果を統計的方法⁷⁾で処理し、確率疲労曲線(P-S-N曲線)を作成して、疲労強度のばらつきを検討した。

II 実 験 方 法

原料鉄粉には電解粉砕粉(マイロン PM 250, -100

mesh), 添加合金元素として黒鉛粉(日本黒鉛工業, ACP-1000)および電解銅粉(日本鋳業, -325 mesh)をそれぞれ用いた。各圧粉体は鉄単味(以下 Fe 材とする)ならびに電解粉砕粉に黒鉛粉を1mass%および電解銅粉を5mass%添加したもの(以下前者を Fe-1 mass% C 材、後者を Fe-5 mass% Cu 材とする)を所定の焼結密度が得られるように粉末量と加圧力を調整して、単一加圧法で成形し、作製した。焼結はすべて1423 K×3.6 ks 水素雰囲気中で行い、焼結後炉端水冷帯で冷却した。ただし、黒鉛添加試料の焼結は、脱炭防止のため5mass%黒鉛添加のアルミナ粉に埋め込んで行った。試料は焼結密度測定後表面研削と773 K×3.6 ks 水素雰囲気中でひずみ取り焼なましを施した。

疲労試験片の形状は前報⁶⁾と同じであるが、板厚は Fe 材で3.2 mm, Fe-1 mass% C 材および Fe-5 mass% Cu 材では4.2 mmとした。疲労試験片の板厚および板幅はマイクロメーターと読取り顕微鏡で各3回宛計測し、そ

* 昭和60年5月本協会春季大会(東京)にて発表, 昭和60年10月3日受理。

** 熊本大学工学部金属工学科, 〒860 熊本市黒髪。

*** 熊本大学大学院, [現 東洋鋳鋼(株)]。

**** 熊本大学工学部資源開発工学科, 〒860 熊本市黒髪。

***** 広島大学工学部機械系, 〒724 東広島市西条町下見。

の平均値を用いて負荷応力を計算した。

疲労試験は試験機の機差を考慮して、Fe 材では容量 ± 191 N, 繰返し速度 30 Hz, Fe-1 mass% C 材および Fe-5 mass% Cu 材では容量 ± 980 N, 繰返し速度 16.7 Hz の万能疲れ試験機をそれぞれ用い, 所定の応力段階に等重みになるよう試験片を割りつけて, 破断までの繰返し数を求めた。得られた結果はプロビット法で統計的処理を行った。

III 実験結果

III-1 試料の焼結密度および試験片寸法のばらつき

疲労試験片作製の過程で鉄粉の秤量や密度測定時の人為的誤差および天秤やプレス機の機差も, 当然のことながら焼結密度に導入されるので, 疲労試験片の焼結密度分布を調べた。また, 試験片の板厚および板幅のばらつきについても検討した。

Table 1 は焼結密度の異なる Fe 材と Fe-1 mass% C 材および Fe-5 mass% Cu 材の焼結密度分布をその平均値 ($\bar{S}$), 標準偏差 (x), および変動係数 ($x/\bar{S}$) で示したものである。

各試料の焼結密度の変動係数はすべて小数点以下で, 0.23~0.44%と大差ない。このことから各試料の焼結密度分布のばらつきは小さく, 母集団の標本値はほぼ同一焼結密度内にあるとみなし得ると考えられる。また, 試験片の板厚および板幅のばらつきを各試料別に求めた結果, 板厚の変動係数は Fe 材で 0.04~0.36%, Fe-1 mass% C 材で 0.30%, Fe-5 mass% Cu 材で 0.21%であり, 板幅のそれはそれぞれ 0.04~0.07%, 0.05%および 0.10%であった。この結果から, 焼結密度と同じように, いずれの値も小さく, 各母集団の試験片はほぼ同一寸法内にあると考えることができる。

III-2 疲労強度のばらつき

あらかじめ求めた各試料の $S-N$ 曲線から等間隔応力振幅 (Fe 材の場合, 4.9 MPa, Fe-1 mass% C 材および Fe-5 mass% Cu 材の場合, 9.8 MPa) の 5 段階に等重み

Fig. 1 Relation between stress amplitudes and probability of failure of sintered iron compacts.

Fig. 2 Flow chart for the calculation of Probit analysis using weighting coefficient.

Table 1 Density distribution of sintered iron and -alloy compacts.

Specimen	Number of specimen (n)	$\bar{S}$ (Mg/m ³)	x (Mg/m ³)	$x/\bar{S}$ (%)
Electrolytic	122	6.56	0.025	0.38
Electrolytic	150	6.95	0.015	0.23
Electrolytic	122	7.29	0.022	0.30
Fe-1 mass% C	152	6.93	0.030	0.44
Fe-5 mass% Cu	122	6.85	0.029	0.42

$\bar{S}$: Mean value of sintered density

x : Standard deviation

$x/\bar{S}$: Coefficient of variation

になるように試験片をそれぞれ 14, 8, 6, 8, 14 本宛割りつけた 3 グループについて, その応力振幅レベルで疲労試験し, 破断までの繰返し数を求めた。なお, 繰返し数 1×10^7 以上で破断しなかった試験片はその時点で試験を中止し, 未破断試料として取扱った。また, Fe-1 mass% C 材では, 割りつけた試験片個数に若干の増減を生じた。

得られた疲労試験データの統計的処理は, 正規確率紙による解析と金属材料の疲労試験データに対する適用例⁴⁾とを併用して検討した。

まず, 正規確率紙による解析であるが, いま, 一定応

力振幅 S_i で n 個の試験片について疲労試験を行い, このうち m 個の試験片が破壊したとする. この時の繰返し数 N_i までに破壊した確率の観測値 p_i は m/n で与えられる. この p_i は応力振幅が S_i のとき $N \leq N_i$ で破壊する確率を意味する. そこで, 指定繰返し数における時間強度の分布形は割りつけた 5 段階の応力振幅 S_i ($i=1 \sim 5$) における p_i ($i=1 \sim 5$) を測定し, p_i と S_i との関係を正規確率紙上にプロットして求めることができる. すなわち, これらの測定点が直線関係を示すなら, これらの標本値の分布形は正規分布であるとみなすことができる.

Fig. 1 は 1 例として, Fe 材の焼結密度 6.95 Mg/m^3 の P - S 曲線を示す. 各指定繰返し数における時間強度の分布は若干のばらつきはあるが, 最小 2 乗法で直線回帰すると良好な直線関係が得られた. 故に, 本実験内では観測された破壊確率が 0 を含む場合を除いて, いずれの分布形も繰返し数によらず正規分布していることが明らかになった. 図中に示すように, これより時間強度分布における平均値, 標準偏差および変動係数が得られる.

しかるに, 等重み試験において観測された破壊確率が 0 または 1 を含む場合や Fe-1 mass% C 材のように試験片の割りつけが等重みでない場合については, 時間強度分布が正規分布すると仮定して, 重みつきプロビット法^{4,5)}により, 応力振幅の平均値および標準偏差を推定

Table 2 Mean fatigue strength, standard deviation and coefficient of variation of sintered iron and alloy compacts for some specific number of cycles. Data were obtained by Probit analysis using weighting coefficient.

Specimen	No. of cycles	$\bar{S}$ (MPa)	σ (MPa)	$\sigma/\bar{S}$ (%)
Electrolytic (6.56 Mg/m ³)	2.0×10^4	115.9	7.85	6.8
	5.0×10^4	98.8	9.34	9.5
	2.5×10^5	77.8	7.73	9.9
Electrolytic (6.95 Mg/m ³)	2.2×10^4	143.4	7.53	5.2
	1.3×10^5	117.0	9.34	8.0
	2.0×10^6	92.7	6.43	6.9
Electrolytic (7.29 Mg/m ³)	1.0×10^5	159.3	9.85	6.2
	4.4×10^5	137.3	7.70	5.6
	2.1×10^6	118.5	5.36	4.5
Fe-1mass% C (6.93 Mg/m ³)	9.5×10^3	263.9	14.82	5.6
	4.5×10^4	219.5	15.18	6.9
	2.5×10^5	177.9	14.82	8.3
Fe-5mass% Cu (6.85 Mg/m ³)	1.4×10^4	255.0	17.49	6.8
	5.6×10^4	214.4	18.74	8.7
	4.0×10^5	177.3	12.41	7.0

$\bar{S}$: Mean value

σ : Standard deviation

$\sigma/\bar{S}$: Coefficient of variation

した. つまり, 疲労試験から求められる破壊確率 p_i は期待される真の確率 P に対して誤差を伴うものであり, しかもその誤差は確率 P が 0.5 から離れるほど大きくなる性質をもつ. このことを重みという形で考慮に入れて収束するまで繰返し計算を行った. 重みつきプロビット法の計算の流れ⁴⁾を Fig. 2 に示す.

ここで, S は応力振幅 (MPa), n は試験片数, p は観測された破壊確率, P は真の破壊確率, $\bar{S}$ は応力振幅の平均値 (MPa), σ は標準偏差 (MPa), Y はプロビット, y は作用プロビット, Z は正規分布の確率密度関数, w は重み係数, $\bar{S}_E$ は応力の平均値の推定値, σ_E は標準偏差の推定値, ϵ_1 および ϵ_2 はあらかじめ設定した値 (ここでは 10^{-4}) である.

得られた計算結果を Table 2 に示す. Fe 材の指定繰返し数における時間強度のばらつきの変動係数は 4.5~9.9% の範囲内にあって, 焼結密度が低いほどやや大きくなる傾向を示している. 表中の焼結密度 6.56 および 6.95 Mg/m^3 の Fe 材では観測された破壊確率が 0 も 1 も含まない等重み試験であるが, 重み $w=1$ として計算した結果を示してある. 前出の Fig. 2 で得られた結果と比較して, その変動係数は大差ない. また, Fe-1 mass% C

Fig. 3 P-S-N curves of sintered iron compacts.

Fig. 4 P-S-N curves of sintered iron compacts.

Fig. 5 P-S-N curves of sintered iron compacts.

Fig. 6 P-S-N curves of Fe-1 mass% C compacts.

Fig. 7 P-S-N curves of Fe-5 mass% Cu compacts.

材および Fe-5 mass% Cu 材のそれは 5.6~8.7% の範囲内にあり、両者の間に明確な差異は認められない。

指定繰返し数における時間強度の平均値 ($\bar{S}$) および標準偏差 (σ) が得られたので、これより確率疲労曲線 (P - S - N 曲線) を作成した。

Fig. 3, 4 および 5 は焼結密度 6.56, 6.95 および 7.29 Mg/m³ の Fe 材の確率疲労曲線である。また、Fig. 6 および 7 は Fe-1 mass% C 材および Fe-5 mass% Cu 材の結果を示したものである。

各図中の白丸印 (○) は各応力レベルで割りつけた試験片の破断までの繰返し数を示したもので、添文字の数字は試験片個数を表わしてある。また、図中の黒丸印 (●) は繰返し数の対数変換値 ($\log N$) の 0.1 きざみに

おける重みつきプロビット法による計算で求めた平均値 (MPa) である。得られた時間強度の平均値 および標準偏差から破壊確率 $P=0.1$, 0.5 および 0.9 における応力をそれぞれ滑らかに結んだのが図中の実線である。

なお、これら試料の疲労限は焼結密度 7.29 Mg/m³ の Fe 材で、110 MPa, 6.95 Mg/m³ で 85.5 MPa, 6.56 Mg/m³ で 63.5 MPa が得られた。一方、Fe-1 mass% C 材では 154 MPa, Fe-5 mass% Cu 材で 158 MPa であった。

Fe-1 mass% C 材と Fe-5 mass% Cu 材では焼結密度および P - S - N 曲線がほとんど同じ傾向を示しているので、両者の S - N 曲線の傾斜部分の有意差を調べた。

こゝでは、 S - N 曲線を求めるために応力振幅 196.1 から 274.6 MPa までの範囲で疲労試験し、Fig. 6 および 7 の結果が得られたとする。2 組の S - N 曲線の疲労データがあるとき、これらの同等性を検定する場合の方法⁴⁾を用いて、(1) S - N 曲線の傾斜部の直線性の検定、(2) S - N 曲線の傾斜部についての等分散、等勾配および等切片に対する検定を行った。その結果、上記応力振幅範囲内における両試料の S - N 曲線の間には有意差がなく同等であると判定された。

IV 考 察

一般に、疲労寿命や時間強度あるいは疲労限度で示される材料の疲労強度は種々の影響因子が相互に寄与してばらつくことが知られている。そのばらつきの主な要因は材料の疲労破壊における試験片の不均質性や試験条件の変動などによる系統的誤差や疲労現象が、本来確率過程の性質をもつことに基づくものであるといわれている⁷⁾。

本実験では、前章で述べたように疲労試験機の機差や母集団の各標本の作製には統計的な考慮のもとで実験を行っているので、試験条件の変動は一応除外して考えることができよう。

ところが、焼結鉄試料で、焼結密度別の指定繰返し数における時間強度をみると、試料間でのばらつきが異なっていることがわかる。すなわち、Table 2 に示す各焼結鉄の時間強度におけるばらつきの変動係数は平均値で示すと焼結密度 6.56 Mg/m³ で 8.7%, 6.95 Mg/m³ で 6.7%, 7.29 Mg/m³ で 5.4% と焼結密度の増加とともに減少していることがわかる。

ところで、焼結鉄の気孔組織は鉄粉の種類や焼結条件が同一であっても、気孔率が増加すれば複雑な形状を有する気孔の数が多くなり⁸⁾、気孔の大きさ分布の幅が広がってより不均一になる。また、焼結鉄の疲労破壊は気孔からのき裂発生、気孔同士を連結する形でなき裂伝播および最終破断の過程を経て起こる。

以上のことを総合的に考えると、各焼結密度における

試験片グループ(母集団)は統計的考慮のもとに作製された同一素材とみなし得るから、時間強度におけるばらつきの変動係数の違いは、やはり内在する気孔による切欠き効果と有効断面積の減少に基づく疲労損傷過程の不均一性によるものと説明することができる。なお、溶製材の平滑材の疲労限度における変動係数¹⁾を示すと機械構造用炭素鋼および合金鋼で1.4~4.9%, 内部に切欠き状の欠陥を多数含有する鋳鋼で13%である。このことからみても、疲労強度のばらつきの変動係数は内部欠陥を有する不均質な材料ほど高くなることが理解されよう。

つぎに、Fe-1 mass% C 材および Fe-5 mass% Cu 材の時間強度におけるばらつきの変動係数は平均値で示すと、前者が6.9%, 後者が7.5%である。これらの値は焼結鉄の高密度材に比べて高い値である。これら試料の基地組織は Fe-1 mass% C 材ではパーライト組織, Fe-5 mass% Cu 材では銅により固溶強化された組織であり、基地硬さも増加している筈である。基地硬さの高い材料ほど正味の疲労強度変動が大きくなる⁹⁾ことや Fe-5 mass% Cu 材のように気孔が液相銅によって溶解され、やゝ丸味を帯びるが、流出孔としても存在するような気孔組織をもつ材料ではその変動のばらつきが加味されて高くなったものと考えられる。

なお、今後基地硬さや他の機械的性質と気孔組織とを関連づけて、焼結鉄合金の疲労強度のばらつきを統計的に処理し、その結果からより確からしい疲労データを求める必要があると考える。

V 結 言

電解粉碎粉を用いた焼結密度の異なる鉄圧粉体ならば

に黒鉛および銅添加焼結鉄合金の疲労強度の分布を検討した結果、つぎの結論を得た。

(1) 焼結密度の異なる焼結鉄について、それぞれ確率疲労曲線を求めることができた。これら試料における時間強度の変動係数は4.5~9.9%の範囲にあり、時間強度のばらつきは焼結密度が低下すると大きくなる傾向を示した。

(2) 1 mass% 黒鉛および 5 mass% 銅焼結鉄合金についても、同じように確率疲労曲線が得られ、その変動係数は5.6~8.7%の範囲内であった。また、応力振幅196.1から274.6 MPa の範囲内における両者の $S-N$ 曲線の傾斜部には有意差はなく同等とみなすことができた。

(3) 焼結鉄および焼結鉄合金の平滑材における時間強度の変動係数は鋳鋼より小さく、機械構造用炭素鋼および合金鋼よりも大きい値である。

なお、本研究に助力された本学科技官宮崎尚敏氏に深甚の謝意を表します。

文 献

- 1) 中沢：鉄と鋼，**66** (1980)，717.
- 2) 西島：材料，**29** (1980)，24.
- 3) 西島：第84，85回西山記念技術講座，「疲れデータの統計的取り扱い」日本鉄鋼協会，(1982)，63.
- 4) 日本機械学会基準：統計的疲労試験法，JSME S002，日本機械学会 (1981).
- 5) 酒井：「統計的疲労試験」(西谷弘信編総合材料強度学講座 6，疲労強度学)，オーム社，(1984)，293.
- 6) 本田：粉体および粉末冶金，**30** (1983)，278.
- 7) 横堀：材料強度学，技報堂，(1955)，163；材料強度学，岩波全書，(1964)，228.
- 8) 三浦：粉体および粉末冶金，**33** (1986)，15.
- 9) 西島，阿部：材料，**26** (1977)，50.

会 告

(407頁より続く)

1月22日(木)午前：〔非酸化物セラミックス〕

午後：〔非酸化物セラミックス，複合セラミックス(Ⅱ)〕

(9:00から)

2A01 SiO₂-MgO-C-N₂ 系における Si₃N₄ (鹿児島大工) ○前田俊秀，福重安雄，島田欣二

2A02 多孔性炭素質物質内における窒化ケイ素の合成 (東京農工大工) 堀尾正靱，○内藤 潤，干場まゆみ

2A03 シリカ還元法による窒化ケイ素粉末—カーボンの生成— (東芝セラミックス中研) ○佐野 省，今井 功，末芳耕一，石井敏次

2A04 シリカ還元法による窒化ケイ素粉末—低カーボン粉末の生成— (東芝セラミックス中研) ○今井 功，佐

野 省，末芳耕一，石井敏次

2A05 Si₃N₄ 粉末中の β -Si₃N₄ 含有量と $\alpha \rightarrow \beta$ 転移について (東芝総研) ○五戸康弘，井上 寛，柘植章彦，佐野 省

2A06 窒化ケイ素粉末中の β 相の焼結への影響 (東芝セラミックス中研，東芝総研*) ○堀内雄史，中村好男，森 正章，末芳耕一，五戸康弘*

2A07 超微粒子 Si₃N₄ の焼結と微細構造 (無機材研，住友金属鉱山中研*) ○守吉佑介，二木昌次*，佐藤忠夫，酒井利和

2A08 結晶化処理した Si₃N₄ 焼結体の粒界 (豊田中研) ○小林茂樹，鷹取一雅，和田重孝 (13:00から)

2A09 HIP 法により作製した助剤無添加 Si₃N₄ 焼結体の諸特性 (吉田工業，阪大産研*) ○根塚 潔，宮本欽生*，小泉光恵*

(421頁へ続く)