焼 結 合 金 鋼 の 破 壊 靱 性

熊本大学工学部 三浦 秀士, 本田 忠敏
 熊本大学大学院 甲斐 政浩

Hideshi Miura, Masahiro Kai and Tadatoshi Honda: Fracture Toughness of Sintered Alloy Steel Compacts.

Effects of alloying elements and heat treatment on the fracture toughness of sintered alloy steels have been investigated by means of three-point bending test, optical and scanning electron microscopies.

The fracture toughness (K_{Ic}) of sintered steels increased with an increase of carbon content. In Fe-Cu-1%C, the K_{Ic} was somewhat increased by an addition of 1%Cu, but it was constant with Cu above 1%. This is explained in terms of the formation of pores at the original location of the Cu powders. On the other hand, the K_{Ic} of Fe-Ni-1%C showed a peak with an addition of 3%Ni. This is attributed to the appearance of Ni rich martensitic phase with Ni above 3%, although Ni is effective to the densification of iron compacts. The K_{Ic} of these compacts were also increased with yielded strength by heat treatment.

A remarkable feature of the obtained results was that the K_{Ic} increased simultaneously with the yield strength, which was contrary to the general behaviour of wrought materials. The origin of this mechanism is clarified from SEM observation, that is, the fracture process of sintered alloy steels is the necking down between the crack tip and adjacent pores.

(Received January 17,1989)

I 緒 言

鉄系焼結材料の強度は、粉末冶金技術の進歩により溶製鋼なみの水準まで向上しており、機械構造用部品に広く利用されつつあるが、宿命的に残存する気孔の内部切欠きによる脆弱化も増すため¹⁾、その用途も限られているのが現状である。したがって、構造部材への応用範囲を拡大するためには、強度のみならず靱性に関する材質的信頼性を得ることも重要な課題であり、そのためにはまず適切な靱性評価を行うことが肝要である^{2,3)}。

従来、焼結材料の靱性の目安には、シャルピー衝撃試験結果が主に採用されてきたが、これは材質の相対的な比較には有効である反面、形状や寸法の異なる部材の脆性破壊に対する安全設計などには適用できないという欠点がある。

そこで本研究では、鉄系焼結材料のなかでも硬質な高炭素焼結合金鋼について、不安定破壊に対する安全性を評価する上で有効な破壊靱性試験を行い、破壊靱性に及ぼす種々な合金元素や熱処理の影響を検討したので、以下に報告する。

II 実 験 方 法

原料粉には-100meshのミルスケール還元鉄粉（川崎製鉄製，KIP-255M）を、添加元素用粉としては電解Cu粉（日本鋳業製，-325mesh）、カーボニルNi粉（INCO製，Type123）および黒鉛粉（日本黒鉛工業

製, ACP-1000) を用いた。これらの粉末を所定の組成に応じて配合、混練したのち、ステアリン酸亜鉛のエタノール溶液を塗布した金型を用いて、392~588MPaの圧縮成形により、10×20×90mmの直方圧粉体を作製した。焼結は水素雰囲気中、1423K×3.6ksで行ったのち、炉端水冷帯で冷却した。本実験では主に588MPa加圧成形体を用いているが、焼結後の密度は鋼種によってさほど変わらず、約7.0Mg/m³であった。得られた試料は研削により平行度を整え、機械加工による切欠きを導入した。なお、一部の試料には熱処理として水素雰囲気中で1123K×1.8ksのオーステナイト化後、油焼入れし、水素雰囲気中503K×1.8ksの焼戻しを施した。

以上のようにして得られた試験片の形状をFig.1に示すが、6mm深さの機械切欠きの先端からASTM規格E399⁴⁾に準拠して $a/W=0.5$ (a : き裂長さ, W : 板厚) となるように、電気油圧サーボ式材料試験機を用いて疲労予き裂を導入している。種々の焼結合金鋼の破壊靱性評価には、インストロン型引張試験機を用いて、クロスヘッド降下速度 1.67×10^{-6} m/s、スパン間隔80mm、室温にて静的3点曲げ試験を行った。この時、クロスヘッドのロードセルから荷重信号を、また試料の切欠き部外表面のナイフエッジに装着したクリップゲージからき裂開口変位信号を検出し、X-Yレコーダ上に荷重-開口変位曲線を記録させた。

破壊靱性値はASTM標準試験法⁴⁾に従って求めた。すなわち、荷重-開口変位曲線から定義に従って破壊荷重 P_0 を求め、次式によって K_0 を計算した。

$$K_0 = (P_0 S / B W^{3/2}) f(\alpha) \quad (1)$$

$$f(\alpha) = \frac{3\alpha^{1/2} \{1.99 - \alpha(1-\alpha)(2.15 - 3.93\alpha + 2.7\alpha^2)\}}{2(1+2\alpha)(1-\alpha)^{3/2}}, \quad \alpha = a/W$$

ただし、 B , W , S はFig.1で示した値である。ここで、得られた K_0 は見掛けの破壊靱性値であり、

$$B, a \geq 2.5(K_0 / \sigma_{0.2})^2 \quad (2)$$

$$P_{max} / P_0 \leq 1.1 \quad (P_{max}: \text{最大破壊荷重})$$

上記の条件を満足するとき、平面歪破壊靱性値 K_{Ic} として認められるわけであるが、本実験では後述するように(2)式を満足するものが半数以下であったことから、破壊靱性値としては K_0 の値で表示している。なお降伏強度 $\sigma_{0.2}$ については、破壊靱性試験に供した試験片と同一組成の引張試験片を作製して求めた。また、破壊靱性試験後の破断試料は、破面や組織観察及びマイクロビッカース硬度測定用に供した。

III 実験結果および考察

まず焼結合金鋼の破壊靱性試験に際して、試験片の大きさや切欠きの導入法などの選択が問題と考えられたので、この点について高炭素焼結鋼を用いて検討を行った。結果をFig.2に示す。上段は、試験片において成形時の加圧方向およびそれと垂直な方向の面に切欠きを導入した場合の K_0 へ及ぼす影響を調べた結果である。両者には疲労予き裂を施しているが、さほど差異は認められないことから、本実験ではすべて試験片の加圧方向の面

Fig.1 Specimen for fracture toughness testing.

に切欠きを導入した。中段に示す試験片への疲労予き裂の有無に関しては、明らかに差異が生じており、やはり予き裂無しの試料では切欠き先端の曲率半径が大きいことため応力集中度が低下し、その分 K_{IC} としては高く現れたと考えられる。また下段に示す試験片の幅 W の大小については、 K_{IC} への影響はさほど認められないことから、本実験ではスパン間隔 S が十分とれるように20 mm幅で統一した。

以上のようにして決定した試験片を用いて、まず588MPa加圧成形の焼結炭素鋼の K_{IC} に及ぼす黒鉛添加量の影響を調べた結果をFig.3に示す。同図中には種々な機械的性質も併示しているが、 K_{IC} は降伏強度や硬度と同様に黒鉛添加量とともに増大しており、伸びの低下現象と相反する挙動を呈していることがわかる。一般に溶製材料においては延性が低下すれば靱性も低下することから、上記挙動は焼結材料に見られる特有の現象と考えられ、これについては後述する。なお、Photo.1(a)にFe-1%C材の光学顕微鏡組織を示しているが、パーライト組織のほかにわずかに初析セメンタイトが見られる程度であったことから、本実験では焼結時に10%以上の脱炭が生じていたものと推察される。

Fig.4は、1%黒鉛を配合した588MPa加圧成形の焼結Cu鋼におけるCu添加量の機械的性質に及ぼす影響を調べた結果である。降伏強度や硬度はCu添加量の増大とともに漸次、増加しているが、伸びについては3%添加で急激に低下している。一方、 K_{IC} の場合は、Cu添加量を1%以上にしても約 $30\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ の一定値を示す傾向にあり、これ以上のCu添加による K_{IC} の向上は期待できないことがわかる。Photo.1(b)にFe-5%Cu-1%C材の光学顕微鏡組織を示す。本鋼種のような1%黒鉛配合の場合、6%以下のCu添加では液相焼結が起こらないことから⁵⁾、本実験で用いた試料においては、昇温中Cuの融点以上でCu粉が融解し、Fe粉中に拡散浸透し、矢印で示すような流出孔が生じたものと思われる。したがって、Cu添加量とともに固溶硬化が増すために降伏強度や硬度は増加するが、添加量が多くなると流出孔も増加するので、その分 K_{IC} の上昇が抑制されたものと思われる。なお、

Fig.2 Effects of notch direction, precrack and specimen width on the fracture toughness of steel compacts, pressed under 588MPa and sintered at 1423K for 3.6ks in H_2 .

Fig.3 Effect of additional graphite content on the mechanical properties of steel compacts, pressed under 588MPa and sintered at 1423K for 3.6ks in H_2 .

Fe-1.0%C

Fe-5.0%Cu-1.0%C

Fe-5.0%Ni-1.0%C

Photo.1 Microstructures of alloy steel compacts, pressed under 588MPa and sintered at 1423K for 3.6ks in H_2 .

6%以上のCu添加では液相焼結が起こり、緻密化も進行すると予想されることから、再び K_Q の増加が期待されるが、この点については今後、検討したい。

次に、焼結Ni鋼の K_Q に及ぼすNi添加量の影響を調べた。Fig.5に、1%黒鉛配合の588MPaで加圧成形した焼結試料の各種機械的性質も併示する。降伏強度、伸びおよび硬度は、前述の焼結Cu鋼の場合と同様な傾向を示しているが、黒鉛配合量が多いので、これら機械的性質のNi%への依存度はそう高くないようである⁶⁾。ただ、 K_Q においては3%Ni添加の試料で最も高い値を示しており、それ以上のNi添加では低下していることがわかる。同様な現象はIorioの報告²⁾にも現れており、また靱性の目安となる衝撃値に及ぼすNi添加の影響を調べた黒木らも4%Ni添加で衝撃値が低下することを報告している⁷⁾。一般にNiは焼結鉄の緻密化に有効な元素の1つであり、少量のNi添加の場合は固溶硬化も効いて K_Q は向上するが、添加量を増すとPhoto.1(C)に示すように、Niの不十分な拡散浸透による不均一組織³⁾を呈するようになる。とくに白色部はNi濃度に富んだマルテンサイト相であることから基地自体が脆化し、これを補うだけの十分な緻密化が起こっていないため⁷⁾ K_Q も低下したと考えられる。したがって、実用の焼結Ni鋼において靱性という観点からみれば、3%Ni添加が適当であると言える。

Fig.6は、焼結Cu鋼(Fe-1.5%Cu-0.5%C)における成形圧力と熱処理(油焼入れ、焼戻し)の各種機械

Fig.4 Effect of additional Cu content on the mechanical properties of Fe-1%C compacts, pressed under 588MPa and sintered at 1423K for 3.6ks in H_2 .

的性質に及ぼす影響を調べた結果である。いずれの機械的性質も成形圧力が増加するとともに向上しており、通常の焼結材に見られる挙動で、緻密化に起因していることは容易に知れよう。また、熱処理を施すことにより伸びは著しく低下しているが、この場合もまた降伏強度とともに K_0 が上昇していることがわかる。そこで、この点をより明確にするために、降伏強度と K_0 との関係を調べてみたのが Fig. 7である。ここでは、機械構造部品用焼結材料として代表的な4鋼種を選定し、その焼結材と熱処理材について、それぞれ降伏強度と K_0 の測定を行った。まず焼結材では、Fe-3%Cu-0.9%C組成の試料において、降伏強度ならびに K_0 の値がともに高いが、熱処理を施すと降伏強度は増加するものの、 K_0 にはさほど変化は現れていない。一方、焼入れ性に効果的なNiを添加した焼結鋼では、熱処理によって降伏強度、 K_0 ともに向上しており、さらにCuとNiの両者を添加したものでは、その向上は著しいことがわかる。いずれにせよ、全体的な傾向としては、前述したように降伏強度が上昇すれば K_0 も上昇するという比例関係が成り立つようである。Photo. 2に、焼結合金鋼のSEMによる代表的な破面組織を掲示する。これによれば、いずれも疲労予き裂を導入した破面内では粒内破壊の形態を呈しているが、それに続く破壊面では鉄粉粒子同士の結合部で延性破壊を生じたと思われる多数のDimpleが観察される。このことは、他の鋼種のものにおいても同様であった。

したがって、これらの結果と合わせて考えてみると、Barnbyら³⁾も推察しているように焼結合金鋼の場合、降伏強度が気孔間の金属基地部のネック強度に依存していると同様に、破壊過程も基本的にはき裂先端とその近傍に存在する気孔との間の金属部のくびれであり、これが破壊エネルギーの消耗につながることから、降伏強度が高いものほど破壊靱性も高くなったと考えられる。最後に、これまでの実験で得られた K_0 において、いわゆる K_{IC} と認められるものは、1%黒鉛配合の焼結Cu鋼でCuを3%以上添加した焼結材とその熱処理材、およびFe-1%Cu-3%Ni-0.5%C組成の熱処理材であった。

Fig. 5 Effect of additional Ni content on the mechanical properties of Fe-1%C compacts, pressed under 588MPa and sintered at 1423K for 3.6ks in H₂.

Fig. 6 Effect of heat treatment (tempered at 503K for 1.8ks after oil quenching) on the mechanical properties of Fe-1.5%Cu-0.5%C compacts sintered at 1423K for 3.6ks in H₂.

IV 結 言

鉄系焼結材料のなかでも硬質な高炭素焼結合金鋼について、静的3点曲げによる破壊靱性試験を行い、合金元素や熱処理（焼入れ、焼戻し）などの破壊靱性特性に及ぼす影響を検討した結果、次のことがわかった。

まず焼結炭素鋼の場合、その破壊靱性値 (K_{IC}) は炭素量の増加に伴い、降伏強度とともに上昇するという焼結材料特有の挙動を示した。焼結合金鋼 (1%黒鉛配合) の破壊靱性に及ぼす合金元素の影響としては、Cu添加の場合、1%添加で K_{IC} は上昇するが、それ以上の5%まで添加してもCu粉の融解に伴う流出孔の出現により、 K_{IC} にさほど変化は認められなかった。一方、Ni添加の場合、3%添加までは K_{IC} は上昇するが、それ以上の添加量になると逆に低下する傾向にあった。これはNiの不十分な拡散浸透による不均一組織に起因しており、とくにNiに富んだマルテンサイト相により基地自体が脆化し、これを補うだけの緻密化が不十分であったためと考えられる。

Fig.7 Relation between yield strength and fracture toughness for several alloy steel compacts, pressed under 588MPa and sintered at 1423K for 3.6ks in H_2 .

Photo.2 SEM images of fractures of alloy steel compacts, pressed under 588MPa and sintered at 1423K for 3.6ks in H_2 .

なお、これら焼結合金鋼に熱処理を施すと、降伏強度、 K_{IC} ともに向上し、CuとNiを複合添加したもので最も効果的であった。いずれにしても、焼結合金鋼およびその熱処理材における降伏強度と K_{IC} の間には比例関係が成り立ち、破壊が切欠き先端とその周辺に存在する気孔との間の金属部のくびれによって進行することがわかった。

文 献

- 1) 徳永：日本金属学会会報，11(1972),353.
- 2) Iorio：Modern Developments in Powder Metallurgy, H.H.Hausner et al. Ed, MPIF, Princeton N.J., 13(1981),229.
- 3) L.W.Crane and R.J.Farrow：Powder Metallurgy, 23(1980),198.
- 4) ASTM E399-74, "Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials", (1974).
- 5) 真島，三谷：日本金属学会誌，40(1976),327.
- 6) 榛葉，三谷：標準金属工学講座 6，コロナ社 (1985),246.
- 7) 黒木，徳永：粉体および粉末冶金，20(1972),43.
- 8) 花立，真島，三谷：粉体および粉末冶金，25(1978),122.
- 9) J.T.Barnby, D.C.Ghosh and K.Dinsdale：Powder Metallurgy, 16(1973),55.