密度 $\rho=7.0 \text{ g/cm}^3$ を有する焼結材料の疲労強度に及ぼす

気孔寸法と硬さの重要性*

松岡三郎^{*1}, 七枝公洋^{*2}宮田肇^{*3}, 福島良博^{*4}Importance of Pore Size and Hardness on Fatigue Strength of
a Pre-Alloyed Powder Metal with the Density of $\rho=7.0 \text{ g/cm}^3$ Saburo MATSUOKA^{*5}, Kimihiro NANAEDA,

Hajime MIYATA and Yoshihiro FUKUSHIMA

^{*5} Department of Mechanical Science and Engineering, Kyushu University,
National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST),
744 Moto-oka, Nishi-ku, Fukuoka-shi, Fukuoka, 819-0395 Japan

In order to investigate the importance of pore size and hardness on the fatigue strength of a pre-alloyed powder metal (Fe-3.0 Cr-0.5 Mo-0.5 C mass%) with the density of $\rho=7.0 \text{ g/cm}^3$, ultrasonic fatigue tests were conducted at a test frequency of 20 kHz in air at room temperature. The fatigue limit of the powder metal was the maximum critical stress under which fatigue cracks initiating from the pore stop propagating. Therefore, the fatigue limit was accurately predicted by the $\sqrt{\text{area}}$ parameter model, $\sigma_w=1.43(HV+120)/(\sqrt{\text{area}})^{1/6}$, for the surface defect. Here, as $\sqrt{\text{area}}$ was employed the effective maximum pore size, $\sqrt{\text{area}}_{\text{eff, max}}$, in the control volume of the ultrasonic fatigue specimen which was estimated from the statistics of extremes distribution of the pore sizes at the polished surface. As HV was employed Vickers hardness, $HV_{98.1N}$, of the microstructure which included both the matrix and pores. The usage of $\sqrt{\text{area}}_{\text{eff, max}}$ and $HV_{98.1N}$ in the $\sqrt{\text{area}}$ parameter model is practical use and useful for predicting the fatigue limit of the powder metal. In addition, the usage of $\sqrt{\text{area}}_{\text{eff, max}}$ indicates that the dominating cause of fatigue strength for the powder metal is the maximum pore size rather than the porosity or density.

Key Words: Powder Metallurgy, Fatigue Limit, Non-Propagating Crack, Pore Size, Vickers Hardness, $\sqrt{\text{area}}$ Parameter Model

1. 緒 言

粉末冶金法を用いると、成形の段階で製品の最終形状に近い形状が得られるので、低コストで製品を作ることができる。また、製造方法や合金元素を変化させることで、複雑な形状の部品を比較的高強度で精度よく生産することも可能である。粉末冶金法の経済性および生産性を活かし、現在では、自動車用部品をはじめ、産業機械用部品などのさまざまな部品に焼結材料が利用されている。しかしながら、粉末冶金法によって製造された焼結材料は、材料中に存在する気孔によって引張強度や疲労強度が低下することが知られている⁽¹⁾。特に、疲労強度に関して、気孔が疲労き裂の発生起点となること、気孔がき裂の進展経路に影響を及ぼすことを含め、焼結材料の疲労強度が気孔率と強い相関があることが報告されている^{(1)~(5)}。

一方、焼結材料の疲労強度に関して、気孔率や密度以外の因子に依存するという報告がある。三浦ら⁽⁶⁾は、クイックセットプロセス法と金属粉末射出成形法により成形した機械構造用焼結低合金鋼の相対密度はどちらも約95%であり、成形法によって差がなかったにもかかわらず、回転曲げ疲労限度は金属粉末射出成形法のほうが17%高くなったと報告している。この疲労限度の差の原因として、クイックセットプロセス法で成形した焼結材料に粗大な気孔が残っていたことを挙げている。松永ら⁽⁷⁾は、拡散型合金鋼粉で製造した密度の異なる2種類の焼結材料の疲労挙動を調べ、次のことを明らかにしている。疲労破壊起点は気孔でなく、鉄粉内部の基体組織であった。低密度材料に比べて高密度材料の疲労限度が向上したが、その原因は、基体組織の硬さが高密度材料で高かったことによる。Danningerら⁽⁸⁾は、高強度の焼結材料においては、介在物が疲労破壊起点となったと報告している。

以上で述べたように、焼結材料の疲労強度に影響を及ぼす因子としては、気孔率や密度だけではなく、気孔寸法や

* 原稿受付 2008年7月3日。

^{*1} 正員, フェロー, 九州大学大学院工学研究院(〒819-0395 福岡市西区元岡744), (独)産業技術総合研究所。^{*2} 学生員, 東京大学大学院工学系研究科(〒113-8656 東京都文京区本郷7-3-1)。^{*3} 正員, 九州大学大学院工学府。^{*4} 正員, 九州大学大学院工学研究院, (独)産業技術総合研究所。

E-mail: smatsuoka@mech.kyushu-u.ac.jp

介在物寸法も考慮する必要がある。言い換えると、焼結材料の疲労強度を正確に評価するためには、焼結材料の疲労破壊メカニズムを明らかにし、疲労強度に最も大きな影響を及ぼす因子を特定することが重要である。そこで、本研究では、焼結材料の気孔寸法と硬さに着目し、疲労限度の定量評価法を検討する。具体的には、村上が提案している $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデル⁹⁾を用い、 $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルに含まれている欠陥寸法 $\sqrt{\text{area}}$ とビッカース硬さ HV について、焼結材料ではどのような値を用いれば実験結果が説明できるかを検討する。

2. 供試材および実験方法

2・1 供試材と試験片 本研究では、Höganäs 社製プレアロイ合金鋼粉 Astaloy®CrM を用いて、図 1 に示す形状の焼結材料を製造した。以後、この焼結材料を M5L(H)材と呼ぶ。表 1 に M5L(H)材の化学成分および製造条件を示す。M5L(H)材の密度 ρ は 7.0 g/cm^3 であり、量産されている市販の焼結材料の密度と等しい。M5L(H)材は 1120°C で再焼結した後、 200°C で焼戻した。図 2 に示すように、素材の両端から切り出した材料の横断面と縦断面をダイヤモンドペースト $1.25 \mu\text{m}$ でバフ研磨した。バフ研磨した横断面と縦断面において、気孔の観察、横断面においてビッカース硬さ測定を行った。ビッカース硬さ測定は、測定荷重を 0.981 N から 196 N の間で 6 段階に変えて行った。

図 1 の素材から 3 種類の試験片を機械加工で製作した。図 3 に引張試験片形状を示す。試験部直径は 4 mm であり、試験部表面はエメリー紙で #600 まで研磨した。図 4 に疲労試験片形状を示す。図 4(a)の超音波疲労試験片は最小断面直径 3 mm の砂時計型である。試験部表面は、エメリー紙で #2000 まで研磨した後、ダイヤモンドペースト $1.25 \mu\text{m}$ を用いたバフ研磨によって仕上げた。図 4(b)に油圧サーボ疲労試験機を用いた軸荷重疲労試験用の試験片形状を示す。試験片は最小断面直径 3 mm の砂時計型である。両端にマルエージング鋼で製作した治具をねじ締結して疲労試験に供した。試験部表面は、エメリー紙で #2000 まで研磨した後、ダイヤモンドペースト $1.25 \mu\text{m}$ を用いたバフ研磨によって仕上げた。

2・2 ヤング率測定および引張試験 本研究では、超音波疲労試験機を用いるので、超音波疲労試験片表面に貼布したひずみゲージの出力から応力振幅を算出するときに、ヤング率が必要となる。多孔質の焼結材料では、溶製材に比べ、低応力で局所的塑性変形が気孔周辺で始まる。そのため、通常の引張試験では真のヤング率よりも低い見かけのヤング率を測定する可能性がある¹⁰⁾。そこで、M5L(H)材のヤング率は次の方法で測定した。図 3 の引張試験片を引張試験機に取りつ

Table 1 Material.

Material	Astaloy CrM (M5L(H))
Chemical composition	Fe-3.0Cr-0.5Mo-0.5C
Powder type	Pre-alloyed powder (water atomized)
Sintering condition	30 minutes at 1120°C
Heat treatment	Resintered at 1120°C , Tempered at 200°C
Density	7.0 g/cm^3

Fig. 1 Shape and dimensions of sintered sample, in mm.

Fig. 2 Samples for Vickers hardness measurements and statistics of the extreme values of pore size, in mm.

Fig. 3 Shape and dimensions of tensile specimen, in mm.

け、標線間距離 25 mm の伸び計を試験片平行部に取りつけた。ヤング率は荷重を 5 段階に変えて負荷・除荷して測定した。具体的には、初期荷重を 0.2 kN 、荷重ステップを 0.49 kN とし、最初に $0.2 + 0.69 \text{ kN}$ 、次に $0.2 + 1.18 \text{ kN}$ のように 5 段階の負荷・除荷を行なった。5 つのステップで、各ステップ 2 回ずつ負荷・除荷を繰返し、伸びを測定した。除荷過程で得られた荷重範囲と伸び範囲の 10 組のデータを最小二乗法で直線近似し、得られた傾きよりヤング率を求めた。ヤング率測定の後、引張試験を行い、M5L(H)材の機械的性質を調べた。引張試験はクロスヘッドスピードを 1 mm/min として行った。

2・3 疲労試験 疲労試験は、図 4(a)の超音波疲労試験片を超音波疲労試験機に取り付け、室温大気中で引張圧縮繰返し荷重下で行った。繰返し速度は 20

kHz, 応力比は $R = -1$ とした. 超音波疲労試験では, 通常の疲労試験と比べて繰返し速度が非常に速いため, 試験片の内部摩擦による温度上昇が起こりやすい. 疲労強度に及ぼす温度上昇の影響を抑えるため, 放射温度計を用いて試験片試験部の温度を測定する予備試験を行った. 予備試験の結果をもとに, 超音波疲労試験中は試験部温度が 35°C 以下に保たれるように, 強制空冷および断続負荷⁽¹⁾を行った. 断続負荷では, 0.2 s 間超音波振動を負荷し, 0.5 s 間超音波振動を停止させた. 繰返し数 N としては, 設定した応力振幅の 80% を超える繰返し応力の繰返し数を用いた. 応力振幅は, 引張試験で測定した実測のヤング率とすべての試験片の試験部中央に貼りつけたひずみゲージの出力から算出した.

超音波疲労試験結果と比較するため, 図 4(b)の引張圧縮疲労試験片を油圧サーボ疲労試験機に取り付け, 引張圧縮疲労試験を室温大気中, 繰返し速度 20 Hz , 応力比 $R = -1$ で行った. 図 4(b)に示したように, 試験片を治具に固定し, 試験片に最も近い治具端部において芯ずれが $40 \mu\text{m}$ 以下になることを確認した後, 試験片と治具を疲労試験機に取り付けた.

試験片の取付けに際しては, 治具の円周を 4 等分する位置にひずみゲージを貼り, 荷重を負荷した際に試験部に曲げ応力がかからないようにした. 引張圧縮疲労試験の途中で適宜試験機を停止して, 試験部表面のレプリカを採取し, き裂の発生および進展挙動を観察した. さらに, 試験片試験部中央のひずみを測定し, 超音波疲労試験で求める疲労強度と比較できるように

した.

20 kHz の超音波疲労試験と 20 Hz の引張圧縮疲労試験で破壊した試験片の破面を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察した. 疲労破壊起点を特定し, 破壊起点に存在していた気孔の寸法を見積もった.

3. 実験結果および考察

3-1 気孔寸法の極値統計分布 図 5 に, M5L(H)材の横断面と縦断面において, 気孔を観察した結果を示す. 横断面と縦断面において, 気孔の分布と気孔の形状に片寄りは見られない. そこで, 気孔寸法の極値統計分布は横断面において求めた.

図 6 に横断面における気孔寸法の極値統計分布を示す. 検査基準面積は $S_0 = 1.11 \text{ mm}^2$, 検査回数は $n = 40$ である. 気孔面積 $area$ は検査面積における気孔自体の面積である. 図 6 の極値統計分布から, 超音波疲労試験片に含まれる気孔の最大寸法を予測した. 予測を行う体積 V は試験応力の 90% 以上の応力を受ける試験部の危険体積⁽⁹⁾とした. 気孔の最大寸法は試験片 1 本当たり $\sqrt{area_{\max}} = 72 \mu\text{m}$ となった.

図 7 に横断面における有効気孔寸法の極値統計分布を示す. 図中に有効気孔寸法の見積もり方法を示す. 気孔の輪郭を楕円で縁取り, 実線で囲まれた部分の面積を $area_{ef}$ とし

Fig. 4 Shape and dimensions of fatigue specimen, in mm.

Fig. 5 Polished surfaces of M5L(H).

Fig. 6 Statistics of the extreme values of pore size for M5L(H).

Fig. 7 Statistics of the extreme values of effective pore size for M5L(H).

た⁹⁾。図7より予測した有効気孔の最大寸法は試験片1本当たり $\sqrt{area_{eff,max}} = 117 \mu\text{m}$ となった。

3・2 ヤング率および引張特性 表2にM5L(H)材の機械的性質とヤング率、図8に応力-ひずみ曲線を示す。図8に示すように、M5L(H)材は明瞭な降伏点を示さず、応力の最高点すなわち引張強度に達する前に破壊している。そこで、表2には0.2%耐力 $\sigma_{0.2}$ と破壊応力 σ_f を示した。M5L(H)材のヤング率は $E = 156 \text{ GPa}$ となり、溶製された通常の鋼のヤング率 $E_0 = 206 \text{ GPa}$ より低い。

多孔質の焼結材料の特性を評価する最も簡単な方法は、次式の複合則である。

$$X_c = (1 - V_f)X_m + V_f \cdot X_f \quad (1)$$

ここで、 X_c は複合材料の特性、 X_m は母地の特性、 X_f は強化物質の特性、 V_f は強化物質の体積率である。特性 X_c には、降伏応力、引張強さ、硬さ、ヤング率などが用いられる。M5L(H)材のヤング率を式(1)で評価する場合、強化物質は気孔となり、気孔のヤング率はゼ

Table 2 Mechanical properties and Young's modulus.

	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_f (MPa)	δ (%)	E (GPa)
Astaloy CrL	950	1097	1.0	156

$\sigma_{0.2}$: 0.2 %proof stress, σ_f : Fracture strength, δ : Total elongation at fracture, E : Young's modulus

Fig. 8 Nominal stress-strain curve of M5L(H).
 $V = 1 \text{ mm/min}$.

ロであるので、 X_c を E' 、 X_m を E_0 で置きかえると、次式が得られる。

$$E' = E_0(1 - V_f) \quad (2)$$

鉄の密度を ρ_0 とし、焼結材料の密度を ρ とすると、気孔の体積率すなわち気孔率は $V_f = 1 - (\rho/\rho_0)$ で与えられる。鉄の密度は $\rho_0 = 7.85 \text{ g/cm}^3$ 、M5L(H)材の密度は $\rho = 7.0 \text{ g/cm}^3$ であるので、M5L(H)材の気孔率は $V_f = 0.108$ となる。 $V_f = 0.108$ と鋼のヤング率 $E_0 = 206 \text{ GPa}$ を式(2)に代入すると、M5L(H)材のヤング率は $E' = 184 \text{ GPa}$ となる。この計算値は実測のヤング率 $E = 156 \text{ GPa}$ より大きい。

焼結材料の特性は気孔の形状や気孔率に強く依存する。そこで、McAdam⁽¹²⁾は多数の焼結材料を用いて、ヤング率測定を行い、次の実験式を報告している。

$$E' = E_0(1 - V_f)^{3.4} \quad (3)$$

式(3)によると、 $E' = 140 \text{ GPa}$ となる。この計算値はM5L(H)材の実測のヤング率 $E = 156 \text{ GPa}$ より低い、式(2)による計算値 $E' = 184 \text{ GPa}$ よりも実測値に近い。

3・3 ビッカース硬さ 図9にM5L(H)材の横断面において長手方向に沿って測定したビッカース硬さHVの分布を示す。測定荷重は $P = 0.981 \text{ N}$ とし、55点測定した。測定は、圧痕が気孔にかからないような場所を選んで行った。硬さ分布は横断面の長手方向で明確な片寄りは見られないが、ばらつきは大きい。ばらつきが大きい原因として、圧痕の対角長さが $20 \mu\text{m}$ 程度で小さいため、測定誤差が大きくなること、圧痕す

法が表面直下に存在する気孔の影響を受けて大きくなることが考えられる。そこで、測定荷重を $P = 0.981 \text{ N}$ より大きくして硬さを測定した。

図 10 に、ビッカース硬さ HV と測定荷重 P の関係を示す。図中には、 HV の平均値から逆算した圧痕寸法を示す。図 10 より、荷重を 49.1 N 以上になると、 HV のばらつきは約 10 % と小さくなることがわかる。 $P = 49.1 \text{ N}$ における圧痕寸法は $154 \mu\text{m}$ である。この寸法と図 5 の組織を比較すると、荷重 49.1 N 以上では、気孔の影響を含めた基地組織の硬さが測定されていると考える。そこで、気孔の影響を含めた基地組織の硬さの代表として、荷重 98.1 N のときの硬さの平均値 $HV_{98.1\text{N}} = 389$ を図 10 中に示す。また、荷重 0.981 N のときには、気孔を避けて硬さ測定を行っているので、そのときの硬さの平均値 $HV_{0.981\text{N}} = 592$ を基地組織自身の硬さであると見なし、図 10 中に示す。

前節で述べたように、焼結材料のヤング率や機械的性質は気孔形状や気孔率の影響を受ける。そこで、ヤング率に及ぼす気孔形状や気孔率の影響を評価する式として McAdam⁽¹²⁾ が提案した式(3)をビッカース硬さにも適用してみる。式(3)で気孔の影響を含めた基地組

織の硬さを HV' として、 E' と置きかえる。基地組織自身の硬さを HV_0 として、 E_0 と置きかえる。このようにすると、次式が得られる。

$$HV' = HV_0 (1 - V_f)^{3/4} \quad (4)$$

式(4)において HV' に $HV_{98.1\text{N}} = 389$ を代入し、 V_f に 0.108 を代入すると、 $HV_0 = 574$ が求まる。 $HV_0 = 574$ は $HV_{0.981\text{N}} = 592$ とほぼ一致している。そこで、3.5 節「 $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルによる疲労限度の定量評価」においては、 $HV_{0.981\text{N}} = 592$ を基地組織自身の硬さ、 $HV_{98.1\text{N}} = 389$ を気孔の影響を含めた基地組織の硬さとして用いる。なお、硬さと相関がある引張強さにおいては、式(4)で HV を σ_b に置きかえた式と同様な式が提案されているが、指数の値は 3~6 が報告されている⁽¹³⁾。

3・4 疲労特性 図 11 に超音波疲労試験機を使用して求めた M5L(H)材の $S-N$ 線図を示す。縦軸の応力振幅 σ_a はそれぞれの試験片で測定したひずみ振幅と表 2 に示した実測のヤング率 $E = 156 \text{ GPa}$ を用いて算出した。図中の折れ線で結んである点は、未破断の試験片に対し、応力振幅を上げて再び疲労試験を行った試験結果、すなわちステップワイズ(Stepwise)試験結果である。

図 12 に SEM を用いて超音波疲労破面を観察した例を示す。図 12(a)に示すように、破面全体は無特徴である。しかし、疲労破面を拡大して観察すると、図 12(b)に示すように、表面付近の気孔周辺にリバーパターンのような模様を有する平坦な破面様相が観察される。このような平坦な破面様相は一つの試験片で複数の場所で観察された。図 12 の例では、A と B の位置で気孔周辺に平坦な破面が形成されていた。このような観察結果から、M5L(H)材においては、試験片表面の複数の気孔から複数のき裂が発生・進展し、最終的に複数のき裂が合体して疲労破壊が起こると考えられる。そこで、M5L(H)材の疲労限度に影響を及ぼす欠陥寸法を評価するために、試験片に図 13 に示す寸法の異なる人工微小穴を導入して超音波疲労試験を行った。

図 14 に、寸法の異なる人工微小穴を導入した試験片の超音波疲労試験結果を示す。グラフ中の数字は各試験片に導入した人工微小穴の最大主応力方向への投影面積の平方根 $\sqrt{\text{area}}$ を表す。●は、人工微小穴縁からき裂が発生・進展して試験片が破断した結果を表す。○は、人工微小穴を導入したにもかかわらず、人工微小穴以外の気孔が起点となって試験片が破断した結果を表す。また、*をつけた丸印○*は油圧サーボ疲労試験機による繰返し速度 20 Hz の通常疲労試験結果であ

Fig. 9 Distribution of Vickers hardness for M5L(H).

*: Numerical values indicate average indentation sizes, in μm .

Fig. 10 Vickers hardness HV against load P for M5L(H).

り、それ以外のデータは超音波疲労試験機による繰返し速度 20 kHz の疲労試験結果である。超音波疲労試験の応力振幅 σ_a はそれぞれの試験片で測定したひずみ振幅に実測のヤング率 $E = 156 \text{ GPa}$ を掛けて算出している。一方、油圧サーボ試験機による 20 Hz の通常疲労試験では、繰返し荷重を試験片断面積で割って求まる応力振幅は $\sigma_a = 380 \text{ MPa}$ となる。超音波疲労試験の場合と同様に、通常疲労試験においても、試験片試験部で測定したひずみ振幅に実測ヤング率を掛けて応力振幅を求めると、 $\sigma_a = 407 \text{ MPa}$ となる。このことは、超音波疲労試験においては、応力振幅を 7% 程度高く見積もっている可能性がある。

M5L(H)材では、 $\sqrt{\text{area}} = 311 \mu\text{m}$ ($d=400 \mu\text{m}$, $h=300 \mu\text{m}$) の人工微小穴を有する試験片は、微小穴縁からき裂が発生・進展して破断に至ったのに対し、 $\sqrt{\text{area}} = 46 \mu\text{m}$ ($d=50 \mu\text{m}$, $h=50 \mu\text{m}$) の人工微小穴を有する試験片は、微小穴以外の内部の気孔が起点となり、き裂が発生・進展して破断に至った。また、 $\sqrt{\text{area}} = 93 \mu\text{m}$ ($d=100 \mu\text{m}$, $h=100 \mu\text{m}$) の人工微小穴を有する試験片に関しては、微小穴縁からき裂が発生・進展したもの(超音波疲労試験結果)と、人工微小穴以外の表面付近の気孔からき裂が発生・進展したもの(通常疲労試験結果)との両方があった。これらのことから、 $\sqrt{\text{area}} = 311 \mu\text{m}$ の人工微小穴はM5L(H)材の疲労に有害であるが、 $\sqrt{\text{area}} = 46 \mu\text{m}$ の人工微小穴は無害であるといえる。

3・1 節において、バフ研磨面で得られた気孔寸法の極値統計分布から1本の超音波試験片中に含まれる最大気孔を予測した。気孔自身の面積 area を対象にしたときの最大気孔寸法 $\sqrt{\text{area}}_{\text{max}}$ は $72 \mu\text{m}$ であった。気孔の輪郭を楕円で縁取りした有効面積 area_{eff} を対象にしたときの最大有効気孔寸法 $\sqrt{\text{area}_{\text{eff, max}}}$ は $117 \mu\text{m}$ であった。最大気孔寸法と最大有効気孔寸法ともに疲

労に無害な人工微小穴の寸法 $\sqrt{\text{area}} = 46 \mu\text{m}$ と疲労に有害な人工微小穴の寸法 $\sqrt{\text{area}} = 311 \mu\text{m}$ の間にある。このことは、M5L(H)材では、試験片試験部にある最大の気孔からき裂が発生・進展して疲労破壊する可能性が高いことを示している。

図15に $\sqrt{\text{area}} = 93 \mu\text{m}$ ($d=100 \mu\text{m}$, $h=100 \mu\text{m}$) の人工微小穴を有する試験片の超音波疲労破面をSEMで観察した結果を示す。図15(a)に示すように、き裂は人工微小穴から(Aの位置)と表面近傍の内部の気孔(Bの位置)の2ヶ所発生していた。人工微小穴の寸法 $\sqrt{\text{area}} = 93 \mu\text{m}$ は、気孔寸法の極値統計分布から求めた1本の超音波試験片中の最大気孔寸法 $\sqrt{\text{area}}_{\text{max}} = 72 \mu\text{m}$ または最大有効気孔寸法 $\sqrt{\text{area}_{\text{eff, max}}} = 117 \mu\text{m}$ にほぼ等し

(a) Overall view.

(b) Magnification of (A).

(c) Shape of pore.

Fig. 12 SEM photographs of ultrasonic fatigue fracture surfaces.

- Numerical values in parentheses indicate $\sqrt{\text{area}_{\text{eff, max}}}$ of pore in μm .

Fig. 11 S-N diagram of M5L(H) by ultrasonic fatigue test.

Fig. 13 Shape of artificial hole.

○: Fracture origin is the pore.

●: Fracture origin is the artificial hole.

- Numerical values indicate $\sqrt{\text{area}}$ of artificial hole in μm .
- Numerical values in parentheses indicate $\sqrt{\text{area}_{\text{eff, max}}}$ of pore in μm .
- The mark * indicates the data obtained by conventional tension-compression fatigue test at 20 Hz and $R = -1$.

Fig. 14 S-N diagram of M5L(H) by the specimens with artificial holes.

い。このことから、き裂は人工微小穴のみならず気孔からも発生したと考える。図 15(b)に示すように、人工微小穴周辺にはリバーパターンのような模様を有する平坦な破面様相が観察される。同様な破面様相は気孔周辺にも観察される(図 12(b))。そこで、リバーパターンのような模様を有する破面様相は M5L(H)材の疲労試験で形成される破面の特徴であると考え、この破面様相を手がかりに疲労破面上で破壊起点となった気孔寸法を測定した。その際、SEM 観察によって破壊起点の気孔の全周にはリバーパターン様相を有する破面が存在することを確認した。すなわち、破壊起点の気孔は周辺の他の気孔とつながっていないことを確認した。

図 12(b)と(c)に疲労破面上での気孔寸法の測定方法の一例を示す。 $\sqrt{\text{area}}$ は荷重軸(主応力軸)方向に投影した気孔自身の面積の平方根である。複数の場所にある気孔からき裂発生があった場合には、最大の気孔を破壊起点の気孔寸法として採用した。 $\sqrt{\text{area}_{\text{eff}}}$ は、図 12(c)に示すように、気孔の輪郭を滑らかな曲線で縁取って求めた有効面積の平方根である。気孔を起点として疲労破壊した試験片は 6 本あった。5 本が試験片表

(a) Overall view.

(b) Magnification of (A).

Fig. 15 SEM photographs of ultrasonic fatigue fracture surface of the specimen with the artificial hole ($d = 100 \mu\text{m}$, $h = 100 \mu\text{m}$). $\sigma_a = 388 \text{ MPa}$ and $N_f = 2.8 \times 10^5$.

面の気孔、1 本が内部の気孔を起点としていた。疲労破壊した 6 本の試験片の $\sqrt{\text{area}}$ は $99 \mu\text{m} \sim 249 \mu\text{m}$, $\sqrt{\text{area}_{\text{eff}}}$ は $150 \mu\text{m} \sim 351 \mu\text{m}$ の間であった。次節で述べる $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルによる疲労限度の推定では、有効気孔寸法 $\sqrt{\text{area}_{\text{eff}}}$ の使用が推奨されているので⁹⁾、疲労破面上で測定した $\sqrt{\text{area}_{\text{eff}}}$ を図 11 と図 14 の S-N 線図のそれぞれの実験点につけたかっこ内に示した。 $\sqrt{\text{area}_{\text{eff}}} = 338 \mu\text{m}$ と $351 \mu\text{m}$ の場合を除くと、破面上で得られた $\sqrt{\text{area}}$ と $\sqrt{\text{area}_{\text{eff}}}$ は、疲労強度に無害な人工微小穴の寸法 $\sqrt{\text{area}} = 46 \mu\text{m}$ と有害な人工微小穴の寸法 $\sqrt{\text{area}} = 311 \mu\text{m}$ の間にある。また、破面上で得られた $\sqrt{\text{area}}$ の平均値は $164 \mu\text{m}$ であり、 $\sqrt{\text{area}_{\text{eff}}}$ の平均値は $251 \mu\text{m}$ であり、これらの値はそれぞれバフ研磨面上で求められた 1 本の超音波試験片当りの最大欠陥寸法 $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}} = 72 \mu\text{m}$, 最大有効欠陥寸法 $\sqrt{\text{area}_{\text{eff, max}}} = 117 \mu\text{m}$ の約 2 倍である。

以上で述べたように、焼結材料 M5L(H)の疲労強度は、気孔率や密度のような平均的な特性値ではなく、試験片試験部中に存在する最大の気孔に支配されると結論できる。次節では、試験片試験部中の最大欠陥寸法と気孔の影響を含めた基地組織のビッカース硬

さを用い、村上によって提案された $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデル⁽⁹⁾にもとづいて焼結材料の疲労限度の定量評価を行う。

3・5 $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルによる疲労限度の定量評価 非金属介在物のような微小欠陥を含む溶製材の疲労限度は、 $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデル⁽⁹⁾によって定量的に評価できる。

村上⁽⁹⁾は、材料の表面に任意形状のき裂が存在し、その面積を area で表わすとき、き裂前縁の K_I の最大値 $K_{I\max}$ を次式で与えた。

$$K_{I\max} = 0.65\sigma_0\sqrt{\pi\sqrt{\text{area}}} \quad (5)$$

ここで、 σ_0 は一様遠方応力、 area はき裂を主応力方向に投影した面積である。き裂の輪郭形状に凹部がある場合は、凹部が生じないようにき裂の輪郭を縁取り、縁取った面積を area とすることが推奨されている⁽⁹⁾。

さらに村上⁽⁹⁾は、微小き裂あるいは微小欠陥の疲労き裂下限値 ΔK_{th} を支配する材質因子としては、降伏応力、引張強さ、硬さなどが考えられるとして、これらの材質因子の代表としてビッカース硬さを採用し、 ΔK_{th} とビッカース硬さ HV 、欠陥寸法 $\sqrt{\text{area}}$ の間に次の実験式を見出した。

$$\Delta K_{th} = 3.3 \times 10^{-3} (HV + 120)(\sqrt{\text{area}})^{1/3} \quad (6)$$

ここで、 ΔK_{th} の単位は $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、 $\sqrt{\text{area}}$ は欠陥を主応力方向に投影した面積の平方根 (μm) である。

式(5)で $\sigma_0 = 2\sigma_w$ を代入し、式(5)と式(6)を組み合わせると、次式の微小き裂、微小欠陥に対する $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデル⁽⁹⁾が得られる。

$$\sigma_w' = C(HV + 120)/(\sqrt{\text{area}})^{1/6} \quad (7)$$

ここで、 σ_w' は疲労限度 (MPa) である。C は定数であり、表面欠陥では $C = 1.43$ である。表面に接する欠陥の場合には $C = 1.41$ 、内部欠陥には $C = 1.56$ となる。

$\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルでは、疲労限度はき裂進展停留の限界応力であることを基本としている⁽⁹⁾。図 16 に $\sqrt{\text{area}} = 93 \mu\text{m}$ ($d = 100 \mu\text{m}$, $h = 100 \mu\text{m}$) の人工微小欠陥に形成されていた停留き裂を示す。この試験片は、超音波疲労試験機を用いたステップワイズ試験に使用した(図 14)。 $\sqrt{\text{area}} = 93 \mu\text{m}$ の人工微小欠陥を有する試験片に $\sigma_a = 300, 330, 360 \text{ MPa}$ の繰返し応力を順次 $N = 1 \times 10^7$ 回負荷しても破壊しなかった。次のステップとして、 $\sigma_a = 390 \text{ MPa}$ の繰返し応力を負荷すると、試験片は破断した。図 16 は、 $\sigma_a = 360 \text{ MPa}$ の繰返し応力を

$N = 1 \times 10^7$ 回負荷した後のレプリカ写真である。微小欠陥の両側に長さ約 $50 \mu\text{m}$ の停留き裂が形成されている。したがって、M5L(H)材の疲労限度は気孔から生じたき裂進展停留限界で決まっていると結論できる。すなわち、焼結材料 M5L(H)の疲労限度 σ_w' は式(7)を用いて評価できる。

図 17 と図 18 に、図 11 と図 14 の疲労試験結果を修正 S-N 線図で整理して示す。図 17 と図 18 の縦軸には応力振幅 σ_a を式(7)で予測した疲労限度 σ_w' で無次元化した σ_a/σ_w' を採用してある。C は表面欠陥に対する 1.43 または内部欠陥に対する 1.56 を用いた。式(7)中の $\sqrt{\text{area}}$ と HV は図 17 と図 18 で次のように選択した。気孔のような不規則な欠陥の $\sqrt{\text{area}}$ は、欠陥の輪郭を楕円あるいは滑らかな曲線が縁取って求める有効寸法 $\sqrt{\text{area}}_{\text{eff}}$ を用いることが推奨されている⁽⁹⁾。そこで、図 17 と図 18 では、図 11 と図 14 のかつこ中に示したそれぞれの破面上で決定した気孔の有効寸法 $\sqrt{\text{area}}_{\text{eff}}$ を用いた。HV は、図 17 では図 10 中の $HV_{98.1N} = 389$ を用い、図 18 では $HV_{98.1N} = 592$ を用いた。HV_{98.1N} は気孔の影響を含んだ基地組織の硬さであり、HV_{0.981N} は基地組織自身の硬さである。

修正 S-N 線図において、破断試験片の σ_a/σ_w' が 1 以上であり、未破断試験片の σ_a/σ_w' が 1 以下であれば、式(7)によって σ_w' は正しく評価されていることになる。この点から判断すると、図 17 では σ_w' は正しく評価されており、図 18 では正しく評価されていない。式(6)に関連して説明したように、微小き裂あるいは微小欠陥の ΔK_{th} は、降伏応力、引張強さ、硬さなどのマクロな特性に関係する。これらのマクロ特性の代表として、式(6)ではビッカース硬さ HV が採用されている。そこで、本研究で用いた欠陥が多くある焼結材料では、欠陥の影響を含んだビッカース硬さ ($HV_{98.1N} = 389$) を用

Fig. 16 Non-propagating crack from artificial hole of $d = 100 \mu\text{m}$ and $h = 100 \mu\text{m}$ for M5L(H). $\sigma_a = 360 \text{ MPa}$ and $N = 1.0 \times 10^7$.

- Numerical values indicate $\sqrt{\text{area}}$ of artificial hole in μm .
- The mark * indicates the data obtained by conventional tension-compression fatigue test at 20 Hz and $R = -1$.

Fig. 17 Modified S-N diagram of M5L(H). σ_w' is estimated from eqn(5) using $HV_{0.981N} = 389$ and $\sqrt{\text{area}}_{\text{eff}}$ obtained on fracture surfaces.

- Numerical values indicate $\sqrt{\text{area}}$ of artificial hole in μm .
- The mark * indicates the data obtained by conventional tension-compression fatigue test at 20 Hz and $R = -1$.

Fig. 18 Modified S-N diagram of M5L(H). σ_w' is estimated from eqn(5) using $HV_{0.981N} = 592$ and $\sqrt{\text{area}}_{\text{eff}}$ obtained on fracture surfaces.

いると、 $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルで予測する疲労限度 σ_w' は実験で得られる疲労限度 σ_w と一致する。一方、欠陥が少ない材料では、欠陥はマクロ特性にほとんど影響を及ぼさないので、 HV としては欠陥の間で測定した基地組織自身の硬さ（本研究の焼結材料では $HV_{0.981N} = 592$ に相当）を用いることになる。

以上の考察より、破面上で決定した気孔の有効寸法 $\sqrt{\text{area}}_{\text{eff}}$ と気孔の影響を含む基地組織の硬さを用いると、焼結材料 M5L(H) の疲労限度が定量的に評価できると結論できる。しかし、この評価法では、疲労試験を行う必要があり、実用的でない。そこで、極値統計分布で求めた 1 本の超音波試験片に含まれる気孔の最大有効寸法 $\sqrt{\text{area}}_{\text{eff, max}} = 117 \mu\text{m}$ と気孔の影響を含む基地組織の硬さ $HV_{0.981N} = 389$ を用いて式(7)から σ_w' を予測した。その際、気孔から破断した試験片は 6 本

- Numerical values indicate $\sqrt{\text{area}}$ of artificial hole in μm .
- The mark * indicates the data obtained by conventional tension-compression fatigue test at 20 Hz and $R = -1$.

Fig. 19 Modified S-N diagram of M5L(H). σ_w' is estimated from eqn(5) using $HV_{0.981N} = 389$ and $\sqrt{\text{area}}_{\text{eff, max}}$ estimated from the statistics of extreme distribution of pore sizes on the polished surface.

であるので、試験片 6 本あたりに存在する最大有効気孔寸法を極値統計分布から見積もった。試験片 6 本あたりの再帰期間は $T = 2673$ 、基準化変数は $y = 7.89$ であるので、試験片 6 本あたりに存在する最大有効欠陥寸法は $133 \mu\text{m}$ となる。この寸法と表面欠陥に対する $C = 1.43$ を用いて $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルで予測した疲労限度 σ_w' を採用し応力振幅 σ_a を無次元化して得られた修正 S-N 線図を図 19 に示す。この場合も、破壊試験片の実験点はすべて $\sigma_a/\sigma_w' > 1$ となり、 $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルによる焼結材料 M5L(H) の疲労限度予測が有効であることがわかる。

以上で述べたように、焼結材料の疲労限度は、バフ研磨面で求めた気孔の最大有効寸法と気孔を含めた基地組織のビッカース硬さを用いて、 $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルで定量的に評価できる。この評価法は、疲労試験を行わずに気孔寸法 $\sqrt{\text{area}}$ を求めていること、気孔を含めた基地組織のビッカース硬さはばらつかず、精度良く求まることから、実用的である。また、バフ研磨面上で求めた気孔の最大有効寸法を用いることから、焼結材料の疲労強度が気孔率や密度のような平均的な特性値ではなく、材料中に存在する最大の気孔寸法に支配されると結論できることを再度強調する。

4. 結 言

本研究では、焼結材料の硬さおよび気孔寸法に着目し、焼結材料の疲労限度の定量的評価法を検討した。Höganäs 社製プレアロイ型合金鋼粉を用いて製造した長さ 110 mm、幅 11 mm、厚さ 9 mm の焼結材料 M5L(H) のバフ研磨面における気孔の極値統計解析、ビッカース硬さ測定、超音波疲労試験を行い、以下のことが明

らかになった。

(1) M5L(H)材のバフ研磨した横断面において気孔の極値統計解析を行った。気孔面積を気孔の輪郭を楕円で縁取って求めた有効面積 $area_{eff}$ で表したとき、バフ研磨面における有効気孔寸法の極値統計分布より求めた超音波疲労試験片の試験部の危険体積に含まれる最大有効気孔寸法は、疲労破壊した試験片 6 本当たり

$$\sqrt{area_{eff, max}} = 133 \mu\text{m} \text{ となった。}$$

(2) バフ研磨面で気孔を避け、測定荷重 0.981 N でビッカース硬さ試験を行うと、ビッカース硬さは大きくばらつき、平均値は $HV_{0.981 \text{ N}} = 592$ となった。測定荷重を大きくしてビッカース硬さ試験を行うと、測定荷重 49.1 N 以上でビッカース硬さのばらつきは約 10% と小さくなり、ビッカース硬さは一定となった。測定荷重 98.1 N でのビッカース硬さの平均値は $HV_{98.1 \text{ N}} = 389$ となった。 $HV_{0.981 \text{ N}}$ は基地組織自身の硬さ、 $HV_{98.1 \text{ N}}$ は気孔の影響を含めた基地組織の硬さを代表していると考えた。

(3) 超音波疲労試験では、5 本の試験片が表面の気孔からき裂が発生・進展して破壊した。1 本の試験片が内部の気孔からき裂が発生・進展して破壊した。6 本の疲労破壊した試験片の起点部の気孔の有効寸法は $\sqrt{area_{eff}} = 150 \mu\text{m} \sim 351 \mu\text{m}$ であった。

(4) 試験片に人工微小穴を導入して疲労試験を行った。応力軸に垂直な面に投影した面積のルートが $\sqrt{area} = 311 \mu\text{m}$ ($d = 400 \mu\text{m}$, $h = 300 \mu\text{m}$) である人工微小穴では、穴縁からき裂が発生・進展した。 $\sqrt{area} = 46 \mu\text{m}$ ($d = 50 \mu\text{m}$, $h = 50 \mu\text{m}$) の人工微小穴では、微小穴以外の内部の気孔からき裂が発生・進展した。すなわち、 $\sqrt{area} = 311 \mu\text{m}$ の人工微小穴は M5L(H)材の疲労に有害であるが、 $\sqrt{area} = 46 \mu\text{m}$ の人工微小穴は無害である。バフ研磨面の気孔の極値統計分布から予測した超音波試験片試験部中の最大有効気孔寸法 $\sqrt{area_{eff, max}} = 133 \mu\text{m}$ 、疲労破面の起点部の有効気孔寸法 $\sqrt{area_{eff}} = 150 \mu\text{m} \sim 351 \mu\text{m}$ は、ほぼ人工微小穴の $\sqrt{area} = 46 \mu\text{m}$ と $311 \mu\text{m}$ の間にある。

(5) 人工微小穴から発生した停留き裂のレプリカ観察から、M5L(H)材の疲労限度は欠陥から発生した疲労き裂の進展停留限界で決まることが明らかになった。そこで、 $\sqrt{area}$ パラメータモデルを用いて疲労限度 σ_w を予測し、応力振幅 σ_a を σ_w で無次元化し、修正 S-N 線図を作成した。 $\sqrt{area}$ パラメータモデルにおいて、破面上で決定した有効気孔寸法 $\sqrt{area_{eff}} = 150 \mu\text{m} \sim 351 \mu\text{m}$ と基地組織自身の硬さ $HV_{0.981 \text{ N}} = 592$ を用いると、すべての実験点は $\sigma_a/\sigma_w < 1$ となり、疲労限度の予測が有効でなかった。 $\sqrt{area_{eff}} = 150 \mu\text{m} \sim 351$

μm と気孔の影響を含む基地組織の硬さ $HV_{98.1 \text{ N}} = 389$ を用いると、すべての実験点は $\sigma_a/\sigma_w > 1$ となり、疲労限度の予測が有効であった。そこで、 $HV_{98.1 \text{ N}} = 389$ はそのままにして、バフ研磨面の気孔寸法の極値統計分布から予測した最大有効気孔寸法 $\sqrt{area_{eff, max}} = 133 \mu\text{m}$ を用いても、すべての実験点は $\sigma_a/\sigma_w > 1$ となり、疲労限度の予測は有効であった。

(6) 上記の評価のうち、特に $\sqrt{area_{eff, max}} = 133 \mu\text{m}$ と $HV_{98.1 \text{ N}} = 389$ を用いた評価は、疲労試験を行わずに気孔寸法が求まること、気孔を含めた基地組織のビッカース硬さはばらつかないことから、焼結材料の疲労限度の予測にとって極めて実用的である。さらに、バフ研磨面上で求めた最大有効気孔寸法 $\sqrt{area_{eff, max}}$ を用いることは、焼結材料の疲労限度が気孔率や密度のような平均的特性でなく、材料中に存在する最大の気孔寸法に支配されることを示す。

文 献

- (1) German, R. M., Powder Metallurgy Science, (1996), Metal Powder Industry.
- (2) Weiss, B. et al., High-Cycle Fatigue Behaviour of Iron-based PM-Materials, Metal Powder Report, (1990), pp.187-192.
- (3) Itoh, Y. et al., Fracture Mechanics Analysis for Fatigue Strength on Notched Specimen of Ferrous Sintered Materials, Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, Vol.44, No.5(1997), pp.483-486.
- (4) Danninger, H. and Weiss, B., The influence of defect on high cycle fatigue of metallic materials, Journal of Materials Processing Technology, Vol.143-144, (2003), pp.179-184.
- (5) Weiss, B. and Danninger, H., Fatigue of Powder Metallurgy Materials, Encyclopedia of Materials: Science and Technology, (2001), pp.2978-2981.
- (6) Miura, H. et al., Properties of Machine Structural Sintered Low Alloy Steels by New Injection Molding Process - Quick Set Process -, Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, Vol. 46, No.11(1999), pp.1207-1211.
- (7) Matsunaga, H. et al., Effect of Statistical Distribution of Iron Powder Size on Fatigue Strength of Powder Metals, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.48, No.10(1999), pp.1101-1106.
- (8) Danninger, H. et al., Microstructural features limiting the performance of P/M Steels, The International Journal of Powder Metallurgy, Vol.33, No.4(1997), pp.43-53.
- (9) Murakami, Y., Metal Fatigue: Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions, (1993), Yokendo Ltd.
- (10) Miura, H. and Tokunaga, Y., Young's Modulus of Sintered Iron, Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, Vol.26, No.2 (1979), pp.60-65.
- (11) S. E. Stanzl-Tschegg, Ultrasonic fatigue, Fatigue '96, Vol.3, (1996), pp.1887-1898, Pergamon Press.
- (12) McAdam, G.D., Some Relations of Powder Characteristics to the Elastic Modulus and Shrinkage of Sintered Ferrous Compacts, Journal of the Iron and Steel Institute, 168(1951), pp.346-358.
- (13) Tokunaga, Y., Evaluation of Mechanical properties on Ferrous Powder Metals, Journal of the Japan Institute of Metals, Vol.11(1972) pp.353-367.