

焼結鋼の機械的性質に及ぼす銅溶浸率の影響

大 島 聡 範*, 林 忠 夫**, 中 村 知 弘***

Effects of Cu Infiltration on the Mechanical Properties of Sintered Steel

Toshinori OHSHIMA, Tadao HAYASHI
and Tomohiro NAKAMURA

Abstract

The effects of Cu infiltration on the tensile, fatigue and fracture toughness properties of sintered steel are examined for various Cu infiltration ratio. Mechanical properties of sintered steel are highly improved with Cu infiltration. Increase in tensile strength, 0.2% proof stress and fracture toughness are almost accomplished in the range from 0% to 60% of Cu infiltration ratio. Fatigue crack growth rate decreased mostly in the range from 0% to 60%. Infiltrated Cu metal permeated into narrow chink of small defects to cause the decrease in the stress concentration around defect tip and solid solution hardening in matrix ferrite.

1. 緒 言

粉末焼結鋼は自動車を中心とする機械部品として広く使用されているが、その製造過程に起因する内在欠陥は材料特性を低下させる主要因として常に問題となる。ここで、焼結体における欠陥の実体は、結合粒子を骨格とする連続的なスケルトン構造の空隙であるから、熔融金属を浸透させて欠陥を充填することは、材料特性の改善に極めて有効である。またこの方法は、材料複合化の手法として着目すれば、マトリックス材と溶浸材の組合せによっては、溶浸を利用した複合材料の開発へと展開することも期待できる。本研究では以上の観点から、銅溶浸による焼結鋼の材料強度特性の改善効果に関する、基礎的なデータを得ることを目的として、焼結鋼の引張特性、疲労特性および破壊靱性に及ぼす銅溶浸率の影響について、検討を行った。

2. 実 験 方 法

供試材は日立粉末冶金(株)より提供された、社内規格18EPC (JISMPF 4) の Fe-C 系焼結合金で、密度の平均値は6.74gr/cc、素材寸法φ60×30の円柱状である。原料は市販アトマイズ鉄粉に銅粉1.5%、グラファイト%1.0%に潤滑剤としてステアリン酸亜鉛0.8%を加えたものである。また、溶浸は焼結体の上に所定の溶浸率を得るのに必要な量の円板状の銅粉末成型体を載せ、変成ガス雰囲気中で1130℃、30min加熱して行った。ここで所定の溶浸率に必要な銅量は、溶浸率100%における試料の密度を基準として計算した。試験片は図1(a), (b)および(c)に示す形状に加工して、引張り、硬さ、破壊靱性、疲労および疲労き裂進展の各試験を行った。なお、破壊靱性、および疲労き裂進展の各試験は(c)のCT試験片を用いた。引張試験は、オートグラフDCS25を使用し、試験片平行部に貼付した歪ゲージで0.2%耐力を検出した。疲労試験は油圧サーボ式疲労試験機 Lab-5を用い、引張り片振り、応力比0.1、繰返し速度20Hzで行った。疲労き裂進展試験は、上記の条件下で、き裂長さを読取り

* 教授 機械工学科

** 技官 機械工学科

*** 山陽国策パルプ(株)

顕微鏡で測定し、次式⁽¹⁾によって応力拡大係数幅を計算した。

$$\Delta K = (\Delta P / t W^{1/2}) \{ (2 + L/W)(0.886 + 4.64 L/W - 13.32 L^2/W^2 + 14.72 L^3/W^3 - 5.6 L^4/W^4) / (1 - L/W)^{3/2} \} \quad (1)$$

ここで、 ΔP ：荷重幅、 L ：き裂長さ、 W ：試験片幅、 t ：試験片厚さである。

破壊靱性試験は ASTM E339⁽²⁾ に準拠し、疲労予き裂を入れた CT 試験片の開口変位をクリップゲージで検出し、荷重－開口変位曲線から次式によって平面歪破壊靱性 K_{Ic} を計算した。

$$K_{Ic} = (P_{max} / B w^{1/2}) \{ 29.6(a/w)^{1/2} - 185.5(a/w)^{3/2} + 655.7(a/w)^{5/2} - 1017(a/w)^{7/2} + 638.9(a/w)^{9/2} \} \quad (2)$$

ここで、 a ：き裂長さ、 B ：試験片幅、 w ：荷重軸から背面までの距離である。

溶浸率は、顕微鏡組織写真にける欠陥中への銅充填を実測し、組織溶浸率 I_s とした。同様に組織全体に占める未溶浸部分の面積率を組織欠陥率 R_s 、また試験後の破面中に自由表面として識別される欠陥の面積率を破面欠陥率 R_f とした。

3. 実験結果および考察

図2(a)～(d)は、銅の溶浸率の異なる焼結銅の顕微鏡組織を示す。(a)は溶浸率0%すなわち未溶浸の場合で、全面に大小さまざまな気孔が多数存在している。ここで焼結銅の基本的構造

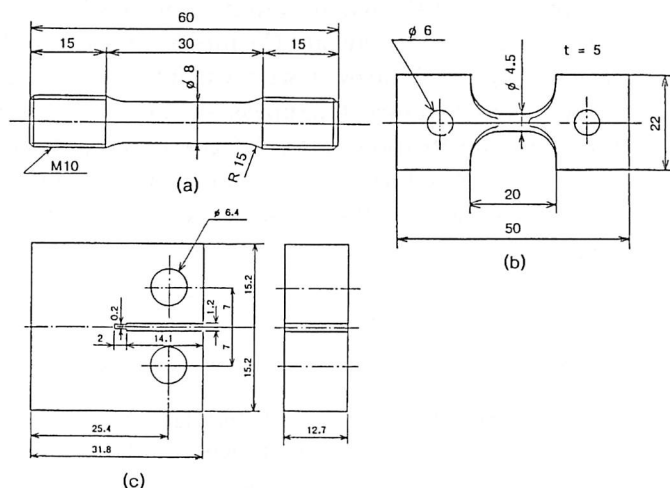


図1 試験片の形状と寸法

(a) 引張試験片 (b) 疲労試験片 (c) CT試験片

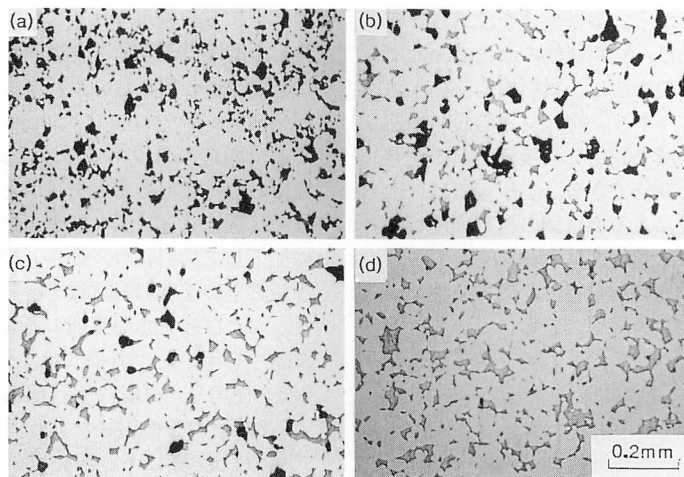


図2 銅溶浸率の異なる焼結銅の顕微鏡組織

溶浸率 (a) 0% (b) 60% (c) 85% (d) 100%

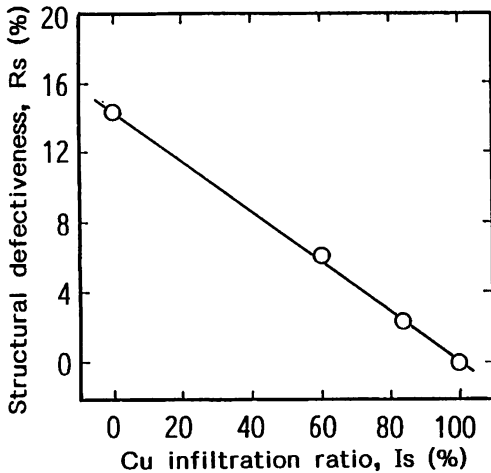


図3 焼結鋼の銅溶浸率と組織欠陥率の関係

が多数の粒子の結合体であることを考慮すれば、小さな気孔のほとんどは、粒子間に存在する狭い空隙の断面と見なすことができる (b) は溶浸率 60% の場合で、小さな気孔すなわち狭い空隙はほとんど充填され、比較的大きな気孔が未充填のまま残っている。さらに (c) の溶浸率 85% では、これらの気孔が次第に充填されて欠陥は減少し、溶浸率 100% の (d) においてほぼ完全な充填状態となる。図 3 は溶浸率 I_s と組織欠陥率 R_s の関係を示す。 I_s の増加に伴って R_s は直線的に減少し、両者の間には良好な対応が成立する。

図 4 は溶浸率と引張り特性の関係を示す。引張

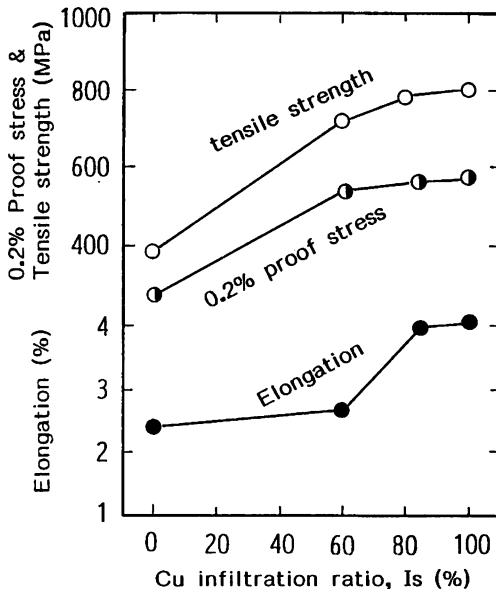


図4 焼結鋼の引張り特性と銅溶浸率の関係

り強さ、0.2耐力、溶浸率の増加に伴って大幅に向上し、いずれも100%では0%のほぼ2倍に達するが、とくに0%から60%の区間において著しく増加し、それ以降での増加はゆるやかである。一方、伸びは60%から85%の区間における増加が著しく、それ以外の区間での変化は少ない。このような傾向は、図2に見られる気孔の充填状態が、引張り特性に及ぼす影響を考えることによって理解される。ここで、焼結鋼の引張り強度特性が、基本的には粒子接合部分におけるネックの変形破壊挙動によって支配されるもの⁽³⁾とすれば、溶浸率65%の場合は、不完全充填状態の気孔欠陥が残存していても、溶浸した銅によってまず粒子間の狭い空隙が優先的に充填されるので、空隙の先端におけるミクロ的な応力集中の緩和には有効である。したがって60%以上の溶浸率であれば、静的強度特性の向上には十分な効果があるものと考えられる。これに対して伸びは、最大荷重点以後の引張り塑性変形の進行に伴って、不完全充填の残存気孔欠陥から発生する延性き裂の挙動によって支配されるので、その向上には狭い空隙の充填のみでは不十分であり、85%以上の溶浸率で、気孔の大部分が充填される必要があるものと考えられる。

以上のことは、引張り特性と組織欠陥率の関係を示す図5において一層明確となる。すなわち、引張り強さおよび0.2耐力の低下は欠陥率6%以上で顕著であるが、伸びは欠陥率2%以上で急激に低下し、欠陥に対する感受性は極めて大きい。

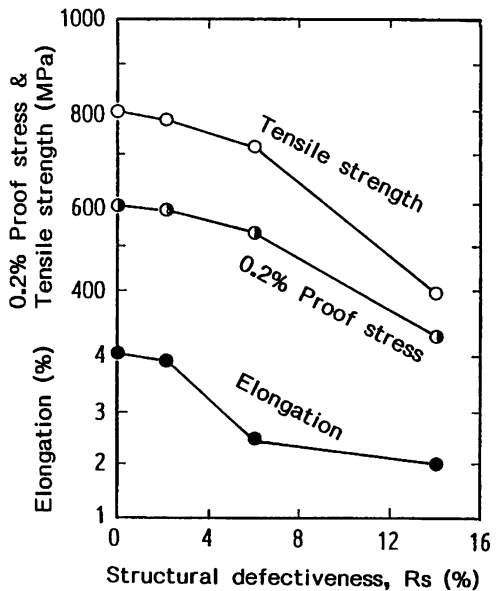


図5 焼結鋼の引張り特性と組織欠陥率の関係

図6は溶浸率と硬さの関係を示す。ここで試料全体の硬さをロックウェル硬さで、また銅溶浸部およびマトリックス部の硬さをマイクロビッカース硬さで測定した。全体の硬さは、溶浸率に伴って増加するが、溶浸率60%以上での増加はゆるやかであり、これは図3の引張り特性とほぼ同様である。マトリックス部の硬さは、溶浸率に伴ってほぼ連続的に増加し、銅の溶浸によってフェライトの固溶硬化が生じていることを示している。一

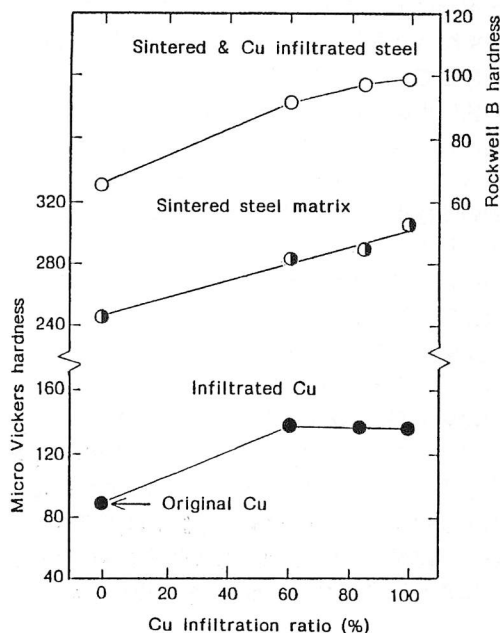


図6 焼結鋼の硬さと銅溶浸率の関係

方、銅充填部の硬さは本来の銅の硬さよりもやや高いが、溶浸率にかかわらず一定である。したがって、溶浸率に伴う全体の硬さの増加は、気孔の充填による強化とマトリックス部の固溶硬化の両者が重疊したものと考えられる。

図7(a)～(d)は銅溶浸率の異なる焼結鋼の引張り破断面のSEM写真を示す。(a)は溶浸率0%の場合であるが、焼結鋼の基本構造である粒子の結合体としての特徴が明確に表れている。

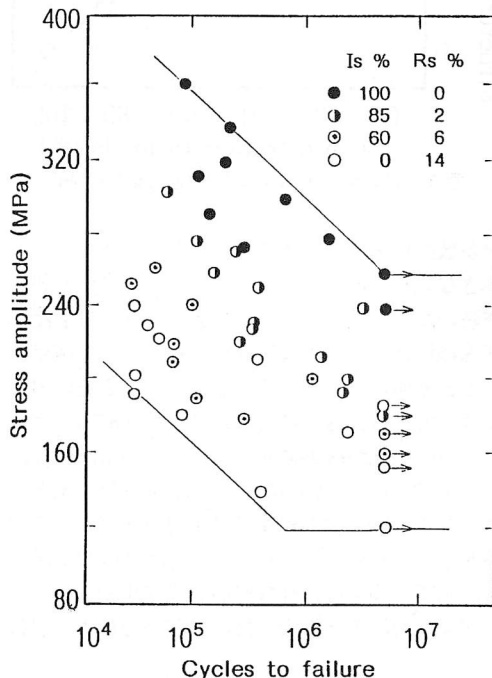


図8 銅溶浸率の異なる焼結鋼の疲労S-N線図

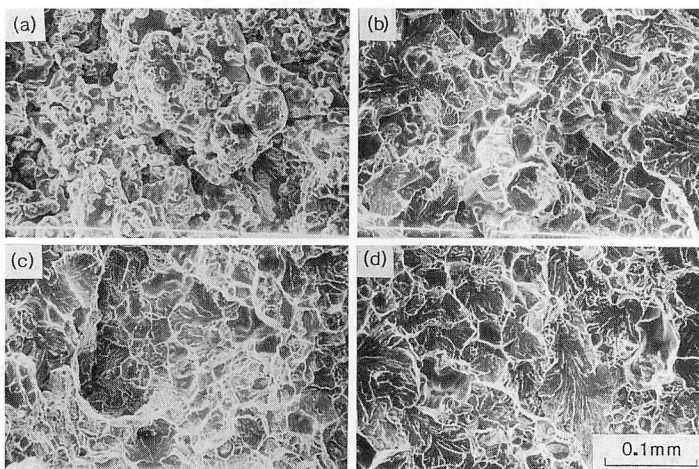


図7 銅溶浸率の異なる焼結鋼の引張り破面
溶浸率 (a) 0% (b) 60% (c) 85% (d) 100%

すなわち破面の大部分は粒子の自由表面すなわち気孔欠陥の表面で占められ、実際の破断面である粒子接合部の占める面積は極めて少ない。(b)は溶浸率60%であるが、破面中に占める粒子自由表面の比率は(a)と比較して格段に少なくなっている。これは溶浸銅によって空隙の大部分が充填され、粒子接合部が補強されたことを示している。(c)は溶浸率85%、また(d)は100%であるが、粒子の自由表面はほとんど存在せず、気孔空隙の充填が十分に達成されたことを示している。銅溶浸率の増加に伴うこのような破断面の変化は、溶浸率65%で引張り強度特性が著しく向上し、それ以降の増加は少ないという図3の傾向と良く対応している。

図8は銅溶浸率の異なる焼結鋼の高サイクル疲労試験におけるS-N線図を示す。溶浸率の増加に伴って疲労強度は次第に向上し、溶浸率100%では0%のほぼ2倍に達している。ここでデータのばらつきの中央値をとり、 5×10^6 における時間強度を疲労強度とすれば、Fig. 9のように溶浸率0%から60%の区間では疲労強度の増加は少ないが、60%から85%、さらに100%へと加速的に向上する傾向が見られる。

図10は溶浸率0%、60%および100%における疲労き裂進展速度 da/dN と応力拡大係数範囲 ΔK の関係を示す。ここで ΔK に対する da/dN の関係は、溶浸率によって異なる3本の曲線で表され、 ΔK の全領域にわたって、溶浸率の大きいものほどき裂進展速度 da/dN が小さくなっている。この傾向は下限界応力拡大係数範囲 ΔK_{th} についても同様であり、溶浸率の大きいものほど ΔK_{th} も大きくなっている。

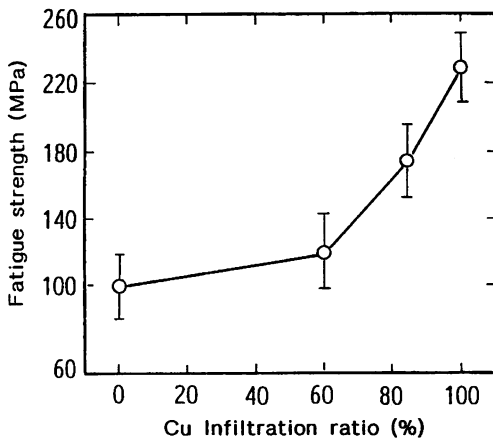


図9 焼結鋼の疲労強度と銅溶浸率の関係

図8および図10において 5×10^6 疲労強度 σ_w および下限界応力拡大係数幅 K_{th} はいずれも溶浸率に伴って増加するが、その変化傾向は異なっている。すなわち σ_w は0%から60%までの区間での増加は少なく60%以上で急激に増加するのに対して、 K_{th} は0%から60%の区間に比較して60%以上での増加は少ない。ここで、 σ_w を疲労限度とすれば、 a を疲労き裂の発生点となる欠陥の寸法として、 σ_w と K_{th} の関係は次式で表される。

$$\sigma_w = \Delta K_{th} / \sqrt{\pi a}$$

ここで a が溶浸率によらず一定であれば σ_w と K_{th} は比例関係となり両者は同様の变化傾向を示すことになるが、現実には溶浸率に伴って欠陥寸法 a は変化する。すなわち溶浸率60%以下では未充填欠陥が残存し a の値は大きいので、 K_{th} が増加しても σ_w の増加は少ない。一方、溶浸率60%以上では、 K_{th} はほぼ一定であるが、欠陥寸法 a が著しく減少するので σ_w は急激に増加し、両者の変化傾向は対照的となる。

焼結鋼のように多くの欠陥を含む材料の疲労強度においては、疲労き裂の発生源としての欠陥寸法 a は主要因子である。溶浸率60%では、比較的大きな気孔が不完全充填の状態で欠陥として残存しているので疲労強度の増加は少ないが、溶浸率が60%以上では、気孔の充填率が向上して大きな欠陥は減少し、それに伴って疲労強度は急激に増

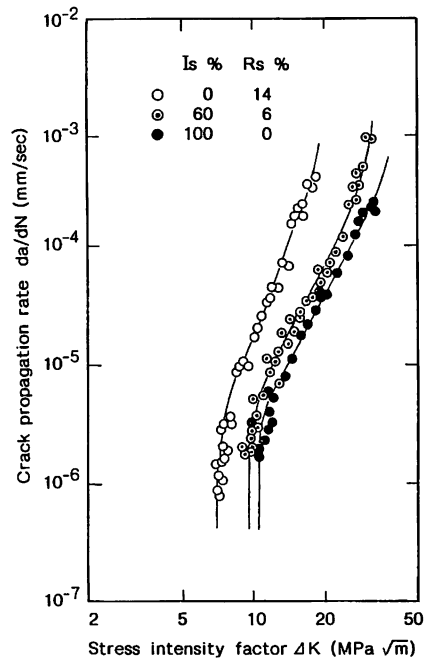


図10 銅溶浸率の異なる焼結鋼の疲労き裂進展特性

加するものと理解される。

一般に疲労き裂の進展過程において、Parisの関係⁽⁴⁾が成立し、図10の直線部分については次式を適用して裂進展特性が評価される。

$$da/dN = C (\Delta K)^m \quad (3)$$

ここでCおよびmは定数である。mは直線部分の勾配として、疲労き裂の進展挙動における安定、不安定の度合いを表す指標であり、mが大きければき裂の成長にともなう進展速度の増加率は大きくなり、き裂の挙動は不安定となる。

図9において、mは溶浸率の増加にともなって減少しているが、0%から60%の区間における減少が著しく、60%から100%の区間での減少はわずかである。したがって、溶浸率0%から60%までの区間で、き裂進展抵抗が大幅に増加し、その結果として進展速度は減少し挙動の安定性を増していることがわかる。これらのことは、溶浸率の異なる試料の疲労き裂の進展過程の相違によって理解される。

図11 (a) および (b) は溶浸率0%および100%における疲労き裂の進展状況を示す。(a)の

溶浸率0%では、き裂は気孔欠陥を辿りつつマトリックス中を屈曲しながら進展している。焼結鋼の基本的構造は焼結粒子の結合体であるから、これは粒子の接合部を切断し欠陥を連結する形式にはかならない。ここで欠陥部分のき裂進展抵抗はゼロに等しいので、き裂は容易に進展し、進展速度は大きく挙動は不安定となる。一方、(b)の溶浸率100%では、き裂は銅の固溶硬化で強化されたマトリックス中を進展しつつ、銅充填部を突っ切り、あるいはマトリックスとの境界を辿って進む形式となるので進展抵抗は大きい。したがって進展速度は小さく、その挙動は比較的安定している。図12 (a)～(d) は疲労破面のSEM写真を示す。溶浸率0%の(a)では、破面の大部分が粒子の自由表面すなわち欠陥で占められ、実際上の破断面である粒子接合部の比率は非常に少なく、図7の引張り破面の場合とほぼ同様である。しかしながら(b)および(c)に見られるように、疲労破面においては、溶浸率が増加しても自由表面の減少の度合いは少なく、溶浸率100%の(d)においても、なおかなりの自由表面が

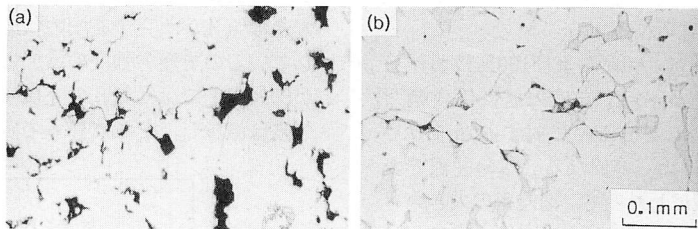


図11 銅溶浸率0%(a)および100%(b)における焼結鋼の疲労き裂進展形態

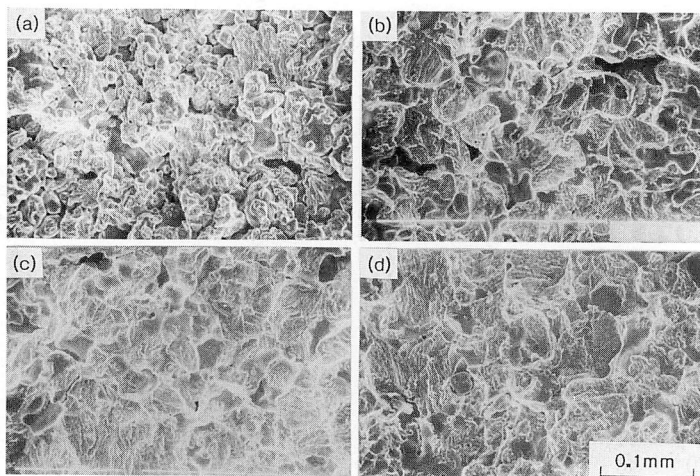


図12 銅溶浸率の異なる焼結鋼の疲労破面
溶浸率 (a) 0% (b) 60% (c) 85% (d) 100%

存在し、引張り破面の場合とは著しく異なっている。

ここで図13において、組織欠陥率と破面欠陥率の関係を引張りと疲労の両者について比較すれば、引張りでは組織欠陥率の減少すなわち溶浸率の増加に伴って破面欠陥率も減少するが、疲労ではその減少の度合いが少ない。この理由は明確ではないが、疲労き裂がマトリックスと銅の境界に沿って進展する際に、両者の境界面すなわち欠陥の内表面と溶浸銅表面の間が変形を伴わずに分離するので、溶浸以前の欠陥の内表面の形態が保存され、あるいは銅の表面に転写されて破面上に再現されることによるものと思われる。また、溶浸率0%に対応する疲労破面欠陥率が引張り破面欠陥率よりも小さいのは、引張り破断過程ではき裂は欠陥を辿って進展するのに対して、疲労き裂は応力と直角方向に進展する傾向が強いので、き裂が欠陥と遭遇する確率が小さいためであろう。

すでに図2(b)で示されているように、溶浸率60%程度以上であれば、粒子間空隙の大部分は充填され、粒子の接合部は補強されていることから、銅の固溶によるマトリックスの強化とあいまって、疲労き裂の進展に対する抵抗は十分に大きいことが理解される。

図14は溶浸率と破壊靱性 K_{Ic} の関係を示す。ここで K_{Ic} は溶浸率0%から60%までの区間で急激に増加し、それ以降85%から100%までほとんど一定の値となっている。この傾向は、図3および図9における溶浸率と引張り強度特性および疲労き裂進展特性の関係にはほぼ一致する。したがっ

て、 K_{Ic} は0.2%耐力の増加に伴って増加し、一般の材料とは反対の傾向を示すことになる。

銅溶浸した焼結鋼においては、60%程度の銅溶浸率で微小空隙が充填され、マトリックスが固溶強化された状態であれば、ある程度の欠陥が存在するにもかかわらず、溶浸率100%の場合に匹敵する破壊靱性値が得られる。しかしながら、破壊靱性がき裂先端における応力拡大係数の臨界値を意味するものであることからすれば、その部分に形成される微小塑性域と焼結鋼の基本構造である粒子結合ネック部の変形破壊挙動の関係については、さらに詳細な検討を必要とするのであろう。

本研究は北海道テクノネットワーク推進協議会共同研究部会の事業の一環として(財)道央テクノポリス開発機構より研究費の助成を受け、また日立粉末冶金(株)より試料の提供を受けて行われたものである。関係各位の御厚意に対して深く感謝の意を表する。

4. 総括

粉末焼結鋼の機械的性質に及ぼす銅溶浸の効果を検討するため、溶浸率を変化させた試料について、引張り、硬さ、疲労、疲労き裂進展および破壊靱性の各特性と溶浸率の関係を調べ、次のような結果を得た。

- (1) 焼結鋼に対する銅溶浸は極めて有効であり、溶浸率100%で、各特性値は未溶浸の場合のおおむね2倍に向上する。
- (2) 引張り強さおよび0.2%耐力は溶浸率60%ま

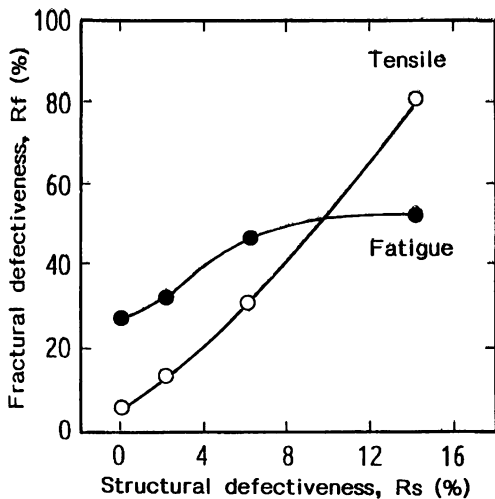


図13 焼結鋼の組織欠陥率と破面欠陥率の関係

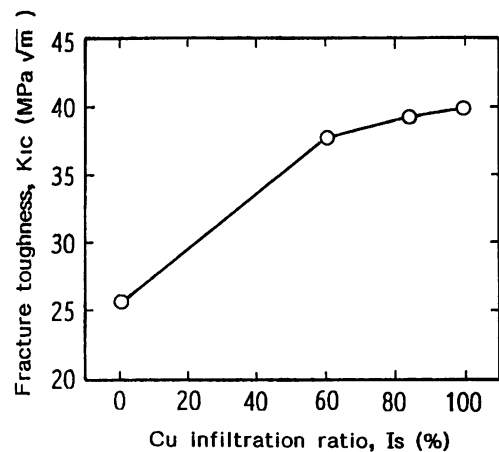


図14 焼結鋼の破壊靱性と銅溶浸率の関係

での向上が著しく、それ以降の増加は少ない。

(3) 疲労強度は溶浸率60%以下での向上は少ないが60%以上で著しく向上し、疲労き裂進展特性は溶浸率60%までの向上が著しく、それ以降の増加は少ない。

(4) 破壊靱性は溶浸率60%で急激に向上し、それ以降はほとんど一定である。

(5) 以上のことは、溶浸率60%程度で焼結粒子間の狭い空隙が充填され、粒子接合部の補強および応力集中の緩和が行われるものとして理解される。

5. 参 考 文 献

- (1) 日本機械学会, 弾塑性破壊靱性 J_{Ic} 試験方法, (1981), 19
- (2) Annual Book of ASTM Standards, Part 31 (1972), 1044
- (3) N.A.Freck and R.A.Smith, Powder Metallurgy, No. 3 (1981), 122
- (4) P.C.Paris and F.Erdogan, Trans. ASME, Ser. D., Vol. 85 (1963), 459

(平成3年11月30日受理)