鐵粉燒結體の研究(第1報)

粒度の相違が焼結體に及ぼす影響について

渡 邊 孝 章**

Takaaki Watanabe : On the Sintered Iron Compacts (1st Report). Effects of Particle Sizes on the Properties of the Sintered Iron Compacts. The crushed electrolytic iron powders of various particle sizes such as 50 mesh, 100 mesh, 200 mesh, 300 mesh, 50 : 100 : 200 : 300 mesh=40 : 10 : 25 : 25 %, 100 : 200 : 300 mesh=45 : 20 : 35 % and 200 : 300 mesh=50 : 50 % were respectively annealed at 750° in H₂. Then, these powder were pressed at 3~4t/cm² and sintered at 250~1350° for 2½ hrs in H₂. The shrinkage, interconnected porosity, total porosity, hardness, tensile strength, elongation and micro-structure were examined in connection with the specimens thus obtained. The experimental results are summarized as follows: (1) The effects of the particle sizes on the properties of the sintered iron compacts can be observed most markedly on the specimens sintered at 1250~1350°. (2) These particle sizes may be classified into three groups such as "50~100 mesh," "200 mesh" and "300 mesh" by the differences of the properties of the sintered iron compacts. (3) The differences of the mechanical properties of the sintered iron compacts correspond nearly with those of the shrinkage and porosity at very sintering stage. (4) The properties of the iron compacts sintered with the powders of the mixtures of various particle sizes are respectively almost equal to those of the compacts sintered with the powders of the predominated particle sizes of the mixtures.

(Received May 18, 1963)

I. 總 括

粒度の相違が鐵粉燒結體に及ぼす性質變化についてはすでに Eilender⁽¹⁾, Kuzmick⁽²⁾, Libsch⁽³⁾ らが發表している。しかしながらこれらの研究はいずれも特定の温度における燒結體の性質變化について述べているにすぎず、温度を廣範圍に變えた場合の燒結體の性質變化の比較については未だ發表されていない。そこで 700°, 2.5 hr 水素氣流中で還元燒鈍した電解鐵粉碎物を篩分した。Table 1 に示すごとき性質の 4 種類の粒度別粉末、ならびにそれらを種々の割合に混合した Fig. 8 に示すごとき 3 種類の混合粉末について、成形壓力 3 又は 4 t/cm, 燒結温度 250~1350°, 燒結時間 2.5 hr, 水素氣流中における燒結體の性質變化について實驗した結果、概括的には次のようにいうことが出来る。

即ち壓縮體の性質は主として壓縮能に支配されるが、燒結體の性質は燒結條件と粒度の大小とに左右されるものであるから、粒度の相違が燒結體に最も顯著に現れるのは本實驗では 1250~1350° の温度においてのみ認められた。これ以下の温度では燒結の進行が適度に顯著でないから未だ壓縮體の性質に可成り支配される。しかるに 650° 以下の低温では燒結の進行が微弱なため壓縮體の性質程度に相違

が現れるにすぎない。しかして燒結體の性質の相違は粉末の比表面の大小による影響が大きく、燒結に伴う收縮率、

Table 1 Properties of Sized Crushed Electrolytic Iron Particles.

Sized iron powders	-50~+100 mesh	-100~+200 mesh	-200~+300 mesh	-300mesh	
Particle size (mm)	0.30~0.15	0.15~0.07	0.07~0.04	0.04>	
Chemical analysis (%)	C	0.004	0.004	0.005	0.008
	Mn	0.03	0.02	0.03	0.05
	Si	0.009	0.009	0.009	0.010
	S	0.006	0.008	0.006	0.008
	P	0.01	0.01	0.01	0.01
	Cu	0.004	0.006	0.003	0.005
Particle shape	Angular dense particles	Angular dense particles	Angular dense particles	Angular dense particles	
Micro crystal size in particle by X-ray diffraction (cm)	$10^{-2}\sim 10^{-3}$	$10^{-2}\sim 10^{-3}$	$10^{-2}\sim 10^{-3}$	$10^{-3}\sim 10^{-4}$	
Hydrogen loss (at 850°, thr) (%)	0.03	0.03	0.07	0.10	
Tap density (g/cc)	4.7	4.5	4.3	4.2	
Green density (at 4t/cm ²) (g/cc)	6.25	6.15	6.05	5.95	

氣孔率を見れば大略の見當はつくものである。粒度の相違による性質變化の傾向より(-50~+200 mesh), (-200~+300 mesh), (-300 mesh) の三つの部類に大別される。

** 三菱金屬礦業研究所

* 1946 年 4 月本會京都大會に發表

(1) W. Eilender, R. Schwalbe, Arch. Eisenhüttenwes., 13 (1939-40), 267.

(2) J. F. Kuzmick, J. D. Shaw, C. L. Clark, Iron Age, 153 (1946), 71.

(3) J. Libsch, R. Volterra, Wulff's Powder Metallurgy, (1942), 379.

なお混合粉末の氣孔率は粒度別の場合より減少し、機械的性質は上昇する。しかしてその性質變化の傾向より、それぞれの混合粉末に最も多く含まれた粒度別燒結體の性質程度の相違を示す。

II. 實驗方法

まず (50 mesh), (100 mesh), (200 mesh), (300 mesh) の粒度別粉末を内寸法 $10 \times 50 \times 47 \text{ mm}$ の四つ割型鋼製モールドに移し入れ、オルゼン圧縮試験機で 5 m/min の速度で上方向から壓縮した。3 t/cm² の所定壓力に達してから 10 秒間保つた後加壓を止めモールドを解體して壓縮體を取出した。いずれの場合もその寸法が長さ 50 mm, 巾 10 mm, 高さ 10.2~10.4 mm になるようにモールドに移し入れる鐵粉の目方を各粉末毎にそれぞれ調整した。

次にこれら壓縮體を鐵製又はアランダム製ポートにならべアルミナ粉末で充填後、内徑 10 cm, 長さ 1 m のモリブデン線又はニクローム線管狀抵抗電氣爐の中央部に入れ水素氣流中で $3^\circ/\text{min}$ の速度で加熱した。所定溫度に達してから 2.5 hr 保つた後加熱の場合と同一速度で溫度を下げ 600° 以下になつたとき冷却管へボードを移動させて冷却を待つて燒結體を取出した。燒結にあたり特に次の點を注意した。

(イ) 燒結爐内、ポート、アルミナ粉末は豫め水素氣流中で加熱して充分乾燥した後使用した。

(ロ) 燒結溫度 950° 以上の場合には、モリブデン線抵抗電氣爐を、それ以下の場合にはニクローム線抵抗電氣爐を使用して、所定溫度における均熱部分の範圍をポートの長さよりも廣く保つた。

(ハ) 溫度測定は熱電對によりボードの中央部を測定し、光高溫計は補助手段とし、特に所定溫度を正確に測つた。

(ニ) 加熱及び冷却速度は毎分約 3° とし、出来るだけ徐熱徐冷の一定状態で燒結した。

(ホ) 水素は Pb 觸媒で脱酸後 150 氣壓に壓縮しシリカゲルを通して水分 0.03% 以下、酸素 0.1% 以下に純化して毎分 3~5 L 流通した。

このようにして作った鐵粉燒結體について含蠟率、比重、寸法變化、硬度、抗張力、伸びの順に測定した。なおそれぞれの測定値はすべて 3~5 個についての平均値をとつた。

次に混合粉末については 1150° , 1250° , 1300° の三つの溫度段階における燒結體の性質變化について調べた。この場合成形壓力のみ 4 t/cm^2 とし、壓縮、燒結、檢査方法は上述と同様である。なお念のため粒度別燒結體についてもこれと同時に燒結して比較を行つた。

III. 實驗結果

1. 粒度別燒結體の性質變化

(1) 收縮率は壓縮體の長さ l_0 とその燒結體の長さ l と

をノギスで測定後、 $l_0 - l / l_0 \times 100$ より求めた。燒結溫度の立場から見た收縮率の變化は Fig. 1 (A) に示す如く、い

Fig. 1 Effect of Particle Size and Sintering Temperature on the Linear Shrinkage of Crushed Electrolytic Iron Compacts.

ずれの粒度の場合も 650° までは收縮しないが 850° 以上で收縮が大きくなり、略々同様な曲線を描いて變化する。次に各種粒度の立場から見た收縮率の比較は (B) に示す如く、粒度の小なる程收縮率が大になるが、(300 mesh) は特に著しく收縮する。 1150° までは粒度の差も收縮には左程顯著には現れないが、 1250° 以上において收縮率が粒度と溫度との影響を顯著にうけることを示している。

(2) 上述の收縮率の測定よりも更に微細な長さの變化ならびに燒結過程における膨脹曲線を調べるため、前述の實驗操作に略々準據して本多式熱膨脹計により求めた熱膨脹曲線は、Fig. 2 に示す如く、粒度の小なる程第 1 回、第

Fig. 2 Change of Thermal Dilatation Curve on the Sized Crushed Electrolytic Iron Powder Compacts.

2 回收縮開始溫度が低温において起る。すなわち粒度の小なる程低溫度で燒結が起り、收縮率との關連性を示している。

(3) 通気孔率は 100° に加熱した比重 0.9 のパラフィン

Fig. 3 Effect of Particle Size and Sintering Temperature on the Interconnected Porosity of Crushed Electrolytic Iron Compacts.

ン浴中へ焼結體を 1 hr 浸漬後取出し、含蠟重量を求め、これを容量%に換算した値である。これは表面と連絡したパラフィンの浸漬しうる気孔を表している。焼結温度の立場から見た通気孔率の變化は Fig. 3 (A) に示す如く、 450° 、 1050° において極大を示し、 1150° 以上になると急激に減少の傾向を示す。 450° の極大値は瓦斯放出により、また 1050° の極大値はグレインの生長により気孔の大きさが太くなつてパラフィンの浸透が容易になり通気孔率が大になつたものとする。次に各種粒度の立場から見た通気孔

Fig. 4 Effect of Particle Size and Sintering Temperature on the Total Porosity of Crushed Electrolytic Iron Compacts.

率の比較は (B) に示す如く、 1150° までは粒度の小さな程通気孔率が大になるが、これ以上の温度になると逆に粒度の小さな程通気孔率も小になる。

(4) 全気孔率は天秤法により焼結體の比重を求め、純鐵の比重を 7.86 とし、 $[7.86 - (\text{焼結體の比重})] / 7.86 \times 100$ でもつて表した。焼結温度の立場から見た全気孔率の變化は Fig. 4 (A) に示す如く、通気孔率の場合と似た曲線を描くが、気孔率の性格の相違により、二つの極大値を示す温度は 650° 、 950° となり温度のずれを生ずる。また容積變化に伴う全気孔率の變化は、収縮量と密接な關係を有するが、収縮率の如く單調には變化しない。次に各種粒度の立場から見た全気孔率の比較は (B) に示す如く、通気孔率の場合と同じ順位を示すが、閉じ込められた気孔率だけその値は大になる。

(5) 硬度はビッカース硬度計により 10 kg 荷重で壓縮方向上面の 3 ケ所を測定して得た値の平均値を示す。焼結温度の立場から見た硬度の變化は Fig. 5 (A) に示す如き曲線を描き、いずれの粒度の場合も同一傾向を示す。

Fig. 5 Effect of Particle Size and Sintering Temperature on the Hardness of Crushed Electrolytic Iron Compacts.

次に各種鐵粉の立場から見た硬度の比較は (B) に示す如く、粒度の小さな程硬度が大になり、 1350° の高温において特にその差が顯著になる。これは焼結に伴う緻密化が軟化焼鈍よりも大きく利いていることを示している。

(6) 抗張力は平行部 30 mm、標點距離 20 mm、斷面 5×5 mm に仕上げた試験片を 1 t 小型引張試験機を用いて破斷したときの最大抗張力をもつて表した。焼結温度の立場から見た抗張力の變化は Fig. 6 (A) に示すとき曲線を描き、いずれの粒度の場合も略々同一傾向を示す。次に各種粒度の立場から見た抗張力の比較は (B) に示す如く、 650° までは壓縮體と殆んど同じ小さな値を示し粒度の相違による抗張力の差はそれぞれの壓縮能***の大きさ程度の相違を示すにすぎない。 750° 以上になると粒度の小さな程緻密化が大きくなり、かつ粒子間のくつつきによる焼結が顯著になり、抗張力は粒度の小さな程大になる。しかるに 1250° 以上の高温になると粒度の小さな程粒子間の合

*** 壓縮能 = (壓縮體の比重) - (充填比重)

併が顯著になり、軟化焼鈍により抗張力の低下が期待されるにもかかわらず、全氣孔率の減少による緻密化が大きく

に各種粒度の立場から見た伸びの比較は (B) に示すごとく、1250° までは粒度の小さい程氣孔率が大でかつ多角形

Fig. 6 Effect of Particle Size and Sintering Temperature on the Tensile Strength of Crushed Electrolytic Iron Compacts.

利いて抗張力は粒度の小さな程大になる。

(7) 伸びは引張試験後破断面をつなぎ合せて標點距離

Fig. 7 Effect of Particle Size and Sintering Temperature on the Elongation of Crushed Electrolytic Iron Compacts.

Photo. 1 50 mesh

Photo. 2 100 mesh

Photo. 3 200 mesh

Photo. 4 300 mesh

Photos. 1~4 Micro-structure of Sintered Iron Compacts at 1150°. ($\times 150 \times \frac{5}{7}$)

Photo. 5 50 mesh

Photo. 6 100 mesh

Photo. 7 200 mesh

Photo. 8 300 mesh

Photos. 5~8 Micro-structure of Sintered Iron Compacts at 1350°. ($\times 150 \times \frac{5}{7}$)

20mm における伸びの増加より求めた値である。焼結温度の立場から見た伸びの變化は Fig. 7 (A) に示すごとく、温度と共に單調に變化しない。すなわち 750° 以上で伸びを生じ、曲線の傾向より收縮率、抗張力の變化とは一致しない、1150° 以上で氣孔率と對應して變化する。次

のグレインも小さいため伸びは小さくなる。たゞし粒度の餘りにも大きな (50 mesh) では氣孔率は小さいが粒子間のくつつきによる燒結が (100 mesh) に較べ小さいため伸びも小さいものと考えられる。しかるに 1350° では粒度の小さな程緻密化が大になるため氣孔率が小になり、一方

粒子間の合併による多角形のグレインは粒度の小なる程急激に大になり、したがって粒度の相違による伸びの差が顕著に現れる。

(8) 顕微鏡組織の變化は Photos. 1~8 に示すごとく上述の傾向とよく一致している。1150° までは Photos. 1~4 に示すごとく、粒度の大なる程グレインの大きさは大で、孔

程グレインの生長が大になる。しかも孔は粒度の小さい程丸くなる傾向を示すが、その大きさは粒度の小さい程小になる。1350° 以上では Photos. 5~8 に示すごとく、この傾向は益々著しく、しかもグレイン内の一部に網目状のサブグレインを認める。

2. 混合粉末焼結體の性質變化

Fig. 8 に示す M_1, M_2, M_3 の混合粉末は (50 mesh)(100 mesh) (200 mesh) (300 mesh) の粒度別粉末を粒度の大きな方から 2 種類宛とり種々の割合に混合して最大充填比重を示す配合割合を求め、この混合粉末と次の粒度粉末とを再び種々の割合に混合して最大充填比重を示す配合割合を求めた。この方法を繰返して各種粒度別鐵粉の混合による 3 種類の粉末を作った。したがってこれら混合粉末の充填比重は粒度別のそれより大になつてゐるが、これら混合粉末の壓縮體の比重もまたこれと同一傾向を示す。全氣孔率の比較は Fig. 8(a) に示すごとく、1250° までは M_1, M_2, M_3 の順に大になるが、1300° になると逆の順序を示す。收縮率の比較は (b) に示すごとく、全氣孔率の變化と對應して粒度の小なる粉末の配合割合の多い混合粉末程收縮率が大きくなり、温度の上昇と共にその差が大きくなる。硬度、抗張力の比較は (c)(d) に示すごとく、粒度の小なる粉末の配合割合の多い混合粉末程硬度、抗張力が大で、温度の高い程その差が顯著になる。しかも粒度別の場合に較べ、ブリッジの形成少なく絡み合いが大になるため、その値は大きくなる傾向を示す。

終りに臨み、本研究中終始御懇篤なる御指導を仰いだ東北大學兼京都大學教授岩崎慶三先生、及び元三菱金屬工業研究所研究部長小藤甫博士、ならびに本研究の發表を許可された三菱金屬工業研究所長淺田寛二氏に對し衷心より感謝の意を表するとともに、實驗に協力された研究室の各位に對し厚く謝意を表する。

Fig. 8 Effect of Sized Particle Sizes and their Mixtures on the Properties of Sintered Crushed Electrolytic Iron Compacts.

は粒度の大なる程その数は少ないが、1250° 以上になるといずれも全面多角形のグレイン組織となり、粒度の小さい