研 究

鉄系焼結体の諸性質に及ぼす Si 添加の影響について*

柴 田 治 郎**・田 辺 重 則**

Jiro Shibata and Shigenori Tanabe: The Effects of Silicon on Mechanical Properties of Sintered Iron Compacts.

In order to investigate the effect of silicon on the mechanical properties of sintered iron compacts, 1~4%Si were added to iron compacts, and W and Mo were also added to Fe-3%Si compacts, which showed the improved mechanical properties. They were compacted and sintered by the single-press and sinter techniques, by the double-press and sinter techniques and studied of various mechanical properties. The results were summarized as follows.

- (1) Generally, the addition of Si to iron compacts increased the hardness and the tensile strength, however decreased the elongation of the compacts sintered at 1120°C.
- (2) In the case of sintering at 1220 and 1300°C, their densification was remarkably accelerated above 2%Si, and therefore gave not only a high tensile strength, but also a high elongation. But the elongation decreased at 4%Si.
- (3) The sintered Fe-3%Si compacts, when W and Mo were added, showed the improved mechanical properties. The elongation, however, decreased above 7%W and 5%Mo because of the precipitation of the compounds, namely Fe₂W and Fe₂Mo.
- (4) The double-press and sinter techniques generally gave higher strengths than the single-press and sinter techniques, although at high temperatures there were only slight differences between both techniques.

(Received January 24, 1972)

I 緒 言

近年、鉄系焼結機械部品の需要が増大するにつれて、より強靱な材料が要望され、Cu, P などの添加による液相焼結、C, Ni, Mn などの添加による合金効果およびこれらの焼結体に熱処理を施すことによって、かなり高強度の焼結体が得られている。しかし、同程度の強度を有する溶解鍛造材に比較して伸び、衝撃値が著しく劣っており、この対策として Ni の多量添加、Hot Press 法および焼結鍛造法などが検討され大きな効果をあげているが、適当な強靱性をもった焼結体を得るには、これらの方法では経済性、量産性の点で問題がある。したがって、適当な添加元素を用いて普通焼結法でかなりの強靱材が得られれば、この方が有利な場合も多いと考えられる。

Si は Fe のフェライト地の強さ、硬さを高める作用が強く、耐食性、耐酸化性を高める元素であり、また焼結中においても Fe 中への拡散が早く¹⁾、Fe-Si 状態図²⁾

では 1200°C で Fe-20%Si の組成で共晶反応があり、この温度以上においては液相が発生して焼結を促進させることも予想され、Fe 焼結体の添加元素としては非常に有効であると考えられる。しかし、Fe 粉への Si の添加は磁性材料として研究され³⁾、実用化されているが、機械部品としての研究は少ないので⁴⁾、Si の添加量、焼結温度、再圧縮・再焼結が鉄系焼結体の密度、硬さ、抗張力、伸びおよび顕微鏡組織にどのような影響を与えるかを調査し、さらに C, Cu, Ni, Mn, Co, Cr, W, Mo などの第 3 元素の影響についても比較検討した。

II 使用粉末および実験方法

II-1 使用粉末

Fe 粉はヘガネスの鉱石還元鉄粉 (MH 100-28)、Si 粉末は純度 98% 以上の金属ケイ素を粉碎したのち、塩酸で

* 昭和46年5月 本協会春季大会(東京)にて発表

** 大阪府立大学工学部金属工学科 堺市百舌鳥梅町4丁

Fig. 1 Specimen for tensile test.

鉄分を除去した平均粒度 1.5μ の粉末を使用した。C, Cu, Ni, Mn, Co, Cr, W, Mo 粉末の平均粒度はそれぞれ 2.1, 6.2, 4.0, 5.0, 1.5, 25.4, 0.8, 4.3μ である。

II-2 実験方法

Fe 粉に Si 粉末を 1~4% 添加し、さらに第 3 元素として Cu, Ni, Mn, Co, Cr, W, Mo は 2~3%, C は 0.2 および 0.6% 添加し、ステアリン酸亜鉛を 0.75% 加えてボールミルで 2hr 混合した。圧粉成形は 6 t/cm^2 で Fig. 1 に示す形状に成形し、焼結は $10^{-1}\sim 10^{-2}\text{ mmHg}$ の真空中、1120, 1220 および 1300°C で 1hr 行なった。また、再圧縮・再焼結は上記の圧粉体を $800^\circ\text{C} \times 30\text{ min}$ 予備焼結後、 6 t/cm^2 で再圧縮して 1120, 1220 および 1300°C で 1hr 焼結した。焼結体の収縮率（試験片の長さ方向）、密度（浸漬法による溶解材との相対密度値%）、硬さ（ロックウェル硬さ）、抗張力、伸び（標点間距離 25mm）を測定し、顕微鏡組織はナイタルで腐食して観察した。また X 線回折（ $\text{CoK}\alpha$ ）で析出物の同定を行なった。

III 実験結果および考察

III-1 Fe 焼結体の性質に及ぼす Si 添加の影響

1~4% の Si を添加した Fe-Si 圧粉体の熱膨張曲線を求めると、1%Si-Fe では 1200°C 付近より収縮しはじめるが 1300°C で 1hr 保持しても収縮量は少ない。しかし、2~4%Si-Fe では $1000\sim 1050^\circ\text{C}$ より急激に収縮しはじめて 1300°C まで続き、 1300°C の保持中は初期においては収縮が残るが、その後期はほとんど収縮しなくなることがわかったので、焼結温度として普通用いられている 1120°C 、Fe-Si の共晶温度の直上の 1220°C およびほとんど完全に焼結する 1300°C の 3 種類を選んだ。 1120°C で普通焼結および再圧縮・再焼結した場合の Fe-Si 焼結体の性質を Fig. 2 に示す。この焼結温度では 1%Si-Fe はほとんど収縮しない。2%以上の Si 添加では順次収縮量も大きくなるが、Si 添加によって圧粉性が悪くなり、圧粉体の密度が低くなるために密度はあまり変化しない。

Si はフェライトを強化する作用が強く⁵⁾、固溶強化は大きいので Si の添加量が多くなるにつれて硬さ、抗張力は増大し、伸びは減少する。再圧縮・再焼結においては、再圧縮により予備焼結体の密度が上昇するので普通

Fig. 2 The effect of silicon on various properties of iron compacts sintered at 1120°C for 1 hr. Fig. 3 The effect of silicon on various properties of iron compacts sintered at 1220°C for 1 hr.

焼結に比較して収縮量は少なくなるが、焼結体の密度、硬さ、抗張力および伸びは上昇する。

1220°C で焼結した Fe-Si 焼結体の性質を Fig. 3 に示す。

Fe-Si は 1200°C に共晶温度があり、 1220°C の焼結

では液相が一部発生し、焼結が促進されることが予想される。

1%Si-Fe では Fe 単味とほとんど変わらないが、2%Si 以上の添加では収縮量が大きくなり、緻密化に伴って密度、硬さ、抗張力、伸びは 1120°C の焼結に比較して上昇する。

Si はフェライト地を強化するが脆化を伴うので、1220°C の焼結において Si の添加によって伸びが上昇することに疑問があるが、焼結体の強靱性は気孔による切欠き効果によって大きく左右されるので、焼結温度の上昇による密度の増加と、それに伴う粒子間の結合力の増加および気孔の球状化によって強化されるとともに伸びも改善されるものと考えられる。しかし、伸びは 3%Si で最大値を経て、4%Si ではフェライトの脆化により急激に低下し、脆性破面を呈する。再圧縮・再焼結では密度が増加するとともに諸性質は向上し、とくに伸びの増加は著しい。

1300°C で焼結した Fe-Si 焼結体の性質を Fig. 4 に示す。収縮量、硬さ、抗張力は 1220°C で焼結した場合とほとんど変わらないが、密度は 2%Si 以上で高くなり、伸びも全般に良くなり、とくに 2~3%Si で著しい上昇が認められる。再圧縮・再焼結は焼結体の諸性質を向上させるが、その効果は低温度の焼結に比較して少ない。

3%Si-Fe 焼結体の焼結温度による顕微鏡組織の変化を Photo. 1 に示す。1120°C の焼結では焼結温度が低いために多数の気孔が残存し、粒成長も少ないが、焼結

1120°C

1200°C

1300°C

Photo. 1 Microstructures of iron-3%silicon compacts sintered at 1120, 1220 and 1300°C for 1 hr. ($\times 100$)

Fig. 4 The effect of silicon on various properties of iron compacts sintered at 1300°C for 1 hr.

温度が 1220, 1300°C と高くなるにつれて焼結が進み、気孔が少なく球状化するとともに粒成長が起こる。また、普通焼結と再圧縮・再焼結とでは顕微鏡組織に大きな差異は認められなかった。

1220°C で焼結した Fe-Si 焼結体の顕微鏡組織を Photo. 2 に示す。Si の添加量が多くなるにつれて、微細な気孔は少なくなり、大きな気孔も球状化する。これが焼結体の伸びを上昇させる原因と考えられる。1%Si では結晶粒の粗大化が認められるが、2~4%Si では粒成長が抑制され、1%Si-Fe に比較して結晶粒は細くなる。田村ら⁶⁾は Fe-W の焼結において、5%W では結晶粒は微細であるが、8%W では粗粒になることを認め、焼結中において、完全に合金化が完了したとすれば、8%W-Fe では α 相のみであるが、5%W-Fe では $\alpha + \gamma$ の二相であるために粒成長が起こりにくいと説明している。Fe-Si の場合も Fe-W と同様に状態図上の γ 領域

Fe

Fe-1%Si

Fe-2%Si

Fe-3%Si

Fe-4%Si

Photo. 2 Microstructures of iron-silicon compacts sintered at 1220°C for 1 hr. ($\times 100$)

を三日月形にするので、焼結中においては当然 $\alpha + \gamma$ の二相が存在し、2~4%Si では粒成長が抑制されるものと考えられる。

1220, 1300°C の焼結において、Si を 2%以上添加した場合、収縮量が大きくなり、焼結体の性質が向上したので、このような焼結温度においては液相が一部発生するのではないかと考えた。しかし、気孔の減少および球状化は認められたが、この焼結温度で液相が発生したかどうかは顕微鏡組織からは確認できなかった。

III-2 Fe-3%Si 焼結体の性質に及ぼす第 3 元素の影響

Fe 粉に数%の Si 粉末を添加して焼結すると、Fe 焼結体の機械的性質が向上し、とくに 1220°C 以上の焼結温度では伸びの昇が著しいことがわかったので、最も強靱な 3%Si-Fe について、さらに C, Cu, Ni, Mn, Co, Cr, W, Mo 粉末を添加し、焼結体の諸性質がどのように変化するかを検討した。その結果を Table 1 に示す。C, Cu は焼結体の密度を低下させるとともに Fe 地を硬化させるために伸びは著しく低下する。Ni, Mn, Co, Cr は C, Cu のように顕著な影響はないが、密度、硬さ、抗張力、伸びなどの性質は Fe-3%Si 焼結体よりも低くなり、性質の改善は認められなかった。しかし、W, Mo は抗張力、伸びを改善し、Fe-3%Si 焼結体の添加元素として有効であることがわかったので、その添加量の影響について検討した。

III-3 Fe-3%Si 焼結体の性質に及ぼす W, Mo の影響

Fe-3%Si に W 粉末を 1~10% 添加し、1220 および 1300°C で 1 hr 焼結した場合の焼結体の性質を Fig. 5 および Fig. 6 に示す。W の添加は Fe-3%Si 焼結体の性質を向上させるが、1220°C の焼結では抗張力は 10% W で低下し、伸びは 5% W 以上で著しく低下する。1300°C の焼結では 1220°C の焼結に比較して収縮量、密度は大きくなり、それに伴って諸性質は向上し、伸びの最高値は 1% W で現われる。再圧縮・再焼結は性質を改善するが、1300°C の場合は 1220°C に比較して、その効果は少なく、また W 量による諸性質の変化の傾向は普通焼結の場合とほとんど変わらない。

1220°C で焼結した Fe-3%Si-W 焼結体の顕微鏡組織を Photo. 3 に示す。3% W までは Fe 中に固溶されて α 相のみとなるが、5% W では粒界に化合物が析出し、さらに W 量が増加すると、化合物の量が多くなるとともに結晶粒内にも化合物が析出してくる。この化合物が焼結体の伸びを著しく阻害するものと考えられる。

Fe-3%Si に Mo 粉末を 1~5% 添加し、1220 および 1300°C で 1 hr 焼結した場合の焼結体の性質を Fig. 7 に示す。Mo の添加は W 添加の場合と同様に Fe-3%Si

Table 1 The effect of the third element on various properties of iron-3%silicon compacts sintered at 1300°C for 1 hr.

Component	Density (g/cm ³)	Tensile strength (kg/mm ²)	Elongation (%)	Hardness (HRB)
Fe-3%Si	7.39	49	17	74
Fe-3%Si-0.2%C	7.01	46	9	66
Fe-3%Si-0.6%C	6.75	49	3	74
Fe-3%Si-2%Cu	6.90	48	3	72
Fe-3%Si-3%Ni	7.10	46	9	69
Fe-3%Si-3%Mn	7.07	45	9	68
Fe-3%Si-2%Co	7.14	46	13	69
Fe-3%Si-2%Cr	7.12	44	13	67
Fe-3%Si-3%W	7.55	57	19	89
Fe-3%Si-3%Mo	7.47	55	19	86

Fig. 5 The effect of tungsten on various properties of iron-3%silicon compacts sintered at 1220°C for 1 hr.

Fig. 6 The effect of tungsten on various properties of iron-3%silicon compacts sintered at 1300°C for 1 hr.

Fe-3%Si-3%W

Fe-3%Si-5%W

Fe-3%Si-7%W

Fe-3%Si-10%W

Photo. 3 Microstructures of iron-3%silicon-tungsten compacts sintered at 1220°C for 1 hr. ($\times 400$)

焼結体の性質を向上させるが、その効果はWに比較してわずかに少ない。伸びは 1220°C の焼結では 1%Mo で極大値を示し、Mo の添加量が増加するにつれて低下するが、1300°C では 3%Mo まで漸増し、5%Mo で急激に低下する。

Fe-3%Si-1%Mo

Fe-3%Si-3%Mo

Fe-3%Si-5%Mo

Photo. 4 Microstructures of iron-3%silicon-molybdenum compacts sintered at 1220°C for 1 hr. ($\times 400$)

1220°C で焼結した Fe-3%Si-Mo 焼結体の顕微鏡組織を Photo. 4 に示す。3%Mo では化合物がわずかに粒界に析出するが、5%Mo ではその量が多くなり、粒内にも析出してくる。このように化合物の析出が焼結体の伸びを低下させるのはWの場合と同様である。

Wおよび Mo を添加した場合に析出する化合物は X線回折によると、 Fe_2W および Fe_2Mo である。

IV 結 論

Fe 焼結体の性質に及ぼす Si 添加の影響を普通焼結法および再圧縮・再焼結法について検討し、さらに Fe-3%Si に W および Mo を添加した場合について調べた結果、次のことがわかった。

(1) Si の添加は Fe 焼結体の硬さ、抗張力を増加させるが 1120°C の焼結では靱性を低下させる。

(2) 1220 および 1300°C の焼結においては 2%Si 以

Fig. 7 The effect of molybdenum on various properties of iron-3%silicon compacts sintered at 1220 and 1300°C for 1 hr.

上で密度は著しく上昇し、それに伴って硬さ、抗張力は増大し、とくに伸びの増加は著しいが、4%Si では伸びは低下する。

(3) W および Mo の添加は Fe-3%Si の硬さ、抗張力、伸びを増加させるが、W は 7%, Mo は 5% で化合物が析出するために伸びは低下する。

(4) 再圧縮・再焼結は焼結体の性質を向上させるが、高温焼結ではその効果は少なくなる。

文 献

- 1) W.D. Jones: *Fundamental Principles of Powder Metallurgy*, Edward Arnold, London (1960), 452.
- 2) M. Hansen: *Constitution of Binary Alloys*, 2nd Ed., McGraw-Hill, New York (1958), 713.
- 3) F.W. Glaser: *Powder Met. Bull.*, 4(1949), 19.
- 4) L. Harrison and R. H. T. Dixon: *Powder Met.* 9 (1962), 247.
- 5) 日本学術振興会編: 鉄鋼と合金元素 (上), 誠文堂新光社 (1966), 5.
- 6) 田村, 村松: 粉体粉末冶金協会春季大会講演概要集 (昭和 44), 2.

会 告

第11回 窯業基礎討論会講演募集

日 時 昭和48年1月25日(木), 26日(金)
 場 所 岡山県総合文化センター(岡山市天神町8-54)
 共 催 日本化学会, 同中国四国支部, 窯業協会,
 同中国四国支部, 粉体粉末冶金協会
 主 題 (1) セラミックスの微構造と物性
 (2) 相変化-雰囲気, 異種成分の影響

講演および Short Comment の申込要領

申込締切 9月15日必着
 時 間 講演(講演時間20分, 討論10分)
 Short Comment (1件5~10分程度)
 申込方法 講演または Short Comment の別, 主題
 (1)または(2)を指定し, 題目, 発表者(講演
 者〇印), 勤務先, 連絡先, それに内容の
 概要(約400字)をつけること, なお講演ま
 たは Short Comment の題目の英文と,
 発表者のローマ字, 勤務先の英文をつけて
 下さい。

要旨締切 10月30日

採択された講演については原稿用紙および執筆要領を

お送りします。要旨は図表を含め、講演の場合は原稿用紙4ページ(約6000字), Short Comment の場合は1ページ(約1500字)です。なお会場ではスライドに限定します。

参加登録について

参加登録費(講演要旨集1冊を含む)

予約の場合 1600円(郵送料を含む)
 非予約の場合 2000円

予約された方にはあらかじめ講演要旨集を送付しますので、できるだけ予約して下さい。

予約申込締切 11月20日

◎予約代金は締切日までに必ず現金書留で送金下さい。

懇 親 会 1月25日 夜, 会場未定

会 費 1名 約2000円(会費は当日支払っていただきます)

申込締切 11月20日

申 込 先 (詳細問合せ先)

〒700 岡山市津島 岡山大学工学部

高橋克明(電話0862-52-1111 内線529)