研 究

溶浸を応用した鉄系焼結体の接合（第3報*）

——接合強度に及ぼす溶浸温度と溶浸時間の影響——

沖 本 邦 郎**, 佐 藤 富 雄**

Kunio Okimoto and Tomio Sato: Joining of Sintered Iron Compacts by the Use of Infiltration (3rd Report). —Influence of infiltration temperature and time—

Influence of infiltration temperature and time upon the mechanical properties of the joined sintered products was studied. The optimum condition for joining by infiltration was 60 min. at 1140°C, or a few min. at 1200°C. In this joining condition, tensile strength was improved by 3 kg/mm², and impact value and reduction of area were doubled to the products treated by the previously reported condition of at 1140°C for 30 min.

As an example of application of this joining method, joining of sintered iron compact and wrought metal was carried out. The strength of the joint was superior to that of both the sintered iron compact and wrought metal. As another example, joined hollow products were made successfully by compacting the iron powder within a pre-compacted block.

(Received August 10, 1981)

I 結 言

第1報¹⁾と第2報²⁾においては、予備成形した鉄系焼結体に銅を溶浸させながら接合すると同時に母材の強化を図る方法をとりあげ、接合強度に及ぼす予備成形体の相対密度 ρ_0 、接合面の粗さ s 、加圧力 p などの影響について検討した。その結果、 $\rho_0=0.8\sim 0.9$ 、 $s=2\ \mu\text{m}$ 、 $p=10\ \text{kg/cm}^2$ の条件のもとで溶浸接合すれば、慣用の一体ものの溶浸体にそん色のない静的接合強度が得られることを報告した。ただし、この場合、溶浸温度と溶浸時間は 1140°C、30 min の一定条件のもとで実験した。

本報においては、溶浸接合体の機械的性質に及ぼす溶浸温度と溶浸時間の影響について実験的に検討した結果を報告すると共に、本接合法の応用例として鉄系焼結体と溶解材（密度 100% の通常の材料）との接合および穴付形状部品の成形について報告する。

II 実 験

実験に用いた粉末は噴霧鉄粉（アトメル 300 M）であり、これまでのもの^{1),2)}と同一である。この噴霧鉄粉を円柱状（直径 12mm）に圧縮成形し、真空中で 1100°C、90min 焼結したものを、接合するための予備焼結体として用いた。なお、別段断りのない限り予備焼結体の相対密度 ρ_0 は 0.78 で一定とした。また、接合面は予備焼結

後にエメリー紙で研磨して、その粗さを $2\ \mu\text{m}$ とした³⁾。

溶浸接合の方法は Fig. 1 のようであり、予備焼結体を軸方向から加圧 ($p=10\ \text{kg/cm}^2$) した状態のもとで油回転真空ポンプによって真空中に引きながら昇温させ、所定の温度で一定時間保持した。使用した溶浸材 (100 Cu + 5 Fe の圧粉体：密度 $5.1\ \text{g/cm}^3$) の重量は、予備焼結体の空隙を埋めるために必要とされる重量の 1.1 倍とした。

溶浸接合体の機械的性質に及ぼす溶浸温度と溶浸時間の影響を調べる場合、温度の上昇カーブは Fig. 2 に示すようなものであった。ここで、設定した温度を溶浸温度 (T_{em} で表示) と呼び、この温度で保持した時間を溶

Fig. 1 Schematic illustration of infiltration method.

* 昭和 56 年 5 月本協会春季大会にて発表，昭和 56 年 8 月 10 日受理

** 九州工業技術試験所，〒841 佐賀県鳥栖市宿町

Fig. 2 Temperature-time diagram.

浸時間 (Mで表示) と呼ぶことにする。

接合部の強度は、ねじり試験、引張試験および衝撃試験より求めた。いずれの試験においても、接合面は試験片の長軸方向に垂直とした。ねじり試験片の直径は 10 mm であり、引張試験片の直径*は 6.5 mm とした。衝撃試験片は前報²⁾までと異なり、寸法を 5×5 mm に変更した。しかし、試験片がノッチ無しであることや約 30°C でスパン 30 mm の下で接合面を打撃して破壊させたことなどの条件は、前報²⁾までと同一である。なお、これらの 3 種類の試験においては慣用の一体ものの溶浸体に関しても実験を行うことにより、溶浸接合体との比較を行った。

Ⅲ 実験結果

予備焼結体の相対密度 ($\rho_0=0.78$)、接合面の粗さ ($s=2\mu\text{m}$)、加圧力 ($p=10\text{ kg/cm}^2$)、および接合時における温度の設定時間 ($M=30\text{ min}$) を一定として、設定温度を変化させた場合における溶浸率と接合部の最大ねじりモー

Fig. 3 Effect of setting temperature on infiltration ratio and maximum torsional moment ($D_0=10.0\text{ mm } \phi$).

* 破断が常に接合部から生ずるようにするために、接合部の直径は他の部分よりもいくらか小さめに加工した。

メントを Fig. 3 に示した。銅の融点である 1083°C (Fe-Cu 系の包晶温度は 1094°C) までは溶浸が生じず、従って溶浸率 k は 0% であるが、これ以上の温度になると溶浸が急速に始まり、溶浸率 k はほぼ 100% となる。一方、

(a) Tensile strength

(b) Reduction of area

(c) Impact value

Fig. 4 Effect of infiltration time and temperature on mechanical properties of joined compacts by infiltration and conventional, but infiltrated compacts.

接合部の強度は設定温度が 800°C 程度から徐々に上昇するようになり, 1083°C 直下までこの状態が続く。この温度範囲における接合強度は, 接合面を介して母材である鉄焼結体が拡散接合することによって生じたものである。そして, 設定温度が 1083°C 以上になると, 拡散接合した状態のもとで更に接合面の空隙部に溶浸材である銅が浸入するようになるために, 接合力は急激に増大する。このように溶浸接合体の強度は, まず拡散接合によってその初期の強度が形成され, 次に溶浸材である銅が空隙部に浸入することによって増大する。溶浸材が浸入することによる接合強度の顕著な向上に比べれば, 設定(溶浸)温度を 1140°C から 1200°C に高くすることによる強度の増大は比較的少ないが, この影響を溶浸時間との関係においてももう少し詳しく調べたものが, Fig. 4 である。ここで, Fig. 4 (a) は接合部の引張強さに及ぼす溶浸時間と溶浸温度の影響を示したものであり, (b) と (c) は絞りと衝撃値に及ぼすこれらの影響を示したものである。比較するために慣用の一体ものの溶浸体の強度(図中□, ■印)もあわせて示した。

さて, Fig. 4 (a) から分かるように, 溶浸温度が 1140°C の場合における接合強度(図中○印)に関しては, 溶浸時間が 60 min までは引張強さが急激に増大しており, 溶浸時間がそれ以上になると引張強さはほぼ一定となっている。一方, 溶浸温度が 1200°C の場合(図中●印)においては, 溶浸時間 1 min ですでにかなりの強度に達しており, これ以上溶浸時間を長くすることによる接合強度の増大は少ない。次に, 接合体の強度を一体ものの溶浸体の強度(□, ■印)と比較してみると, 溶浸時間が 1 min の場合には 1140°C と 1200°C のいずれの溶浸温度においても一体ものの強度が優れているが, 30 min ではほとんど差がなくなり, 溶浸時間が 120 min 以上になるとむしろ接合体の強度が一体ものよりも増大する傾向にある。

Fig. 4 の (b) と (c) に示した絞りと衝撃値の結果には, 溶浸時間と溶浸温度の影響が一層顕著に現われている。すなわち, ○印で示した溶浸接合温度 1140°C の場合, 接合部の拡散接合と溶浸材の浸入により, 絞りと衝撃値は急激に増大して溶浸時間が 60 min で最高となり, それ以上の温度ではやや低下する傾向にある。その一方, ●印の 1200°C で溶浸接合した場合には, 絞りと衝撃値は溶浸時間が 1 min ですでに高強度に達しており, それ以上の時間では次第に低下する傾向にある。また, 一体ものの溶浸体(□, ■印)と比較してみると, 1140°C で 1 min と 30 min の溶浸を施した場合を除き, 接合体の絞りと衝撃値は一体ものに比べて相当大きくなっている。従来からの溶浸接合の条件は 1140°C, 30 min であったが(図中の●印が従来の結果), Fig. 4 の結果より判断すると, 溶浸温度が 1140°C の場合には溶浸時間は 60 min,

1200°C の場合には数 min 程度が適切な条件である。これらの条件を選ぶことにより, 従来からの場合に比べて接合部の機械的性質を一段と向上させることができる。

IV 考 察

Fig. 4 の結果に対する検討を行うために, まず衝撃試験における破面を走査型顕微鏡で観察し, それを Photo. 1 に示した。写真からも明らかなように衝撃値の大きいものほど延性破面の様相を呈しており, 逆に Fig. 4 (c) において衝撃値の最も小さくなっている 1200°C で 180 min の溶浸を行った一体ものの破面が最もぜい性的な様相を呈している。次に, Photo. 2 は接合体と一体ものの顕微鏡組織写真を示したものであるが, 溶浸時間が長くなるにつれて鉄骨格が溶浸材である銅によって切断されて鉄粒子が丸味を帯びてくる³⁾。この現象は, 接合体よりも一体ものの溶浸体の方が顕著であるように見受けられる。溶浸時間が長くて溶浸温度が高くなると, この組織的な変化のために, 接合面での結合自体は強固なものとなるが(Fig. 4 (a) 参照), しかしその一方では鉄と銅との合金相が形成される割合が多くなり³⁾, 接合面や母材のじん性が次第に劣ってくる。一般に鉄系焼結体に銅を溶浸する作業においては, 鉄-銅系の非平衡状態を得なければならない^{4,5)}とされている。今の溶浸接合の場合, 最適な条件は 1140°C, 60 min, もしくは 1200°C, 数 min 程度であり, これ以上の溶浸時間では上に述べたように鉄-銅系が平衡状態に近づいてぜい化し, その一方, これ以下の溶浸時間では接合部における結合がまだ不十分であったものと考えられる。

さて, Fig. 4 (a) において, 溶浸時間が 60 min 以上では接合体の引張強さが一体ものに比べて優っていた。また, Fig. 4 の (b) と (c) においては 1140°C で 1 min と 30 min の場合を除き, 接合体(○, ●印)の絞りと衝撃値は一体ものの溶浸体(□, ■印)よりも大きくなっている。この結果に及ぼす 1 つの因子として加圧の影響が考えられる。すなわち, 一体ものの溶浸体においては無加圧で溶浸を行っているが*, 接合体の場合においては低圧ではあるが $p=10 \text{ kg/cm}^2$ の加圧力を作用させながら溶浸接合している。そこで加圧力の有無の影響を調べるために, 1200°C の場合について一体ものに加圧しながら溶浸した。それが Fig. 4 (a), (b) の図中■印で示すものである。

これを 1200°C で無加圧の場合(■印)と比較する。まず引張強さに関しては, 溶浸時間が 60 min までは加圧することによる効果はほとんど生じていないが, 120 min 以上になると無加圧の場合の強度(■印)がやや低

* 第 1 報と第 2 報においても, 一体ものに溶浸する場合には加圧力は作用させていない。

Photo. 1 Fracture surfaces observed in the impact test of joined compacts by infiltration and conventional, but infiltrated compacts.

下するのに対し、加圧した場合にはその傾向が極めて少なく、接合体の強度にほぼ匹敵する強度が得られた。一方、Fig. 4 (b) の絞りに関しては、全ての溶浸時間において加圧の影響が認められ、加圧した場合の方が延性が大きくなっている。Fig. 4 (c) の衝撃値においては、溶浸接合の温度と時間が 1140°C, 120 min の場合 (■印) について加圧の効果を調べたが、この場合においても加圧の影響が明らかに認められる。成形体の密度は加圧することによってほとんど増大していないけれども、この

加圧力の有無によって Photo. 3 に示すような変化が生ずる。すなわち、加圧した場合の方が鉄粒子が丸味を帯びる度合いが少なく、かつ鉄骨格粒子の大きさも小さい。このようなことのために絞りや衝撃値などに変化が生じたものと考えられる*。

しかしながら、接合体の絞りや衝撃値と比較すれば、

* 溶浸接合の状態はホット・プレスの状態に類似したものとなっている。ホット・プレスは一般に密閉型を用いて行われるが、本実験の場合は単軸圧縮の応力状態となっている。

Photo. 2 Microphotographs of joined compacts by infiltration and conventional, but infiltrated compacts.

まだかなりその値は劣っており、接合体の絞りや衝撃値が一体ものの溶浸体のそれよりも優れている原因を溶浸接合時に作用させている加圧の影響だけで説明することはできない。したがって、溶浸接合体の絞りや衝撃値が一体ものに比べて相当大きくなっている別の因子として

は、接合部近傍が母材部（一体もので加圧したものでもよい）に比べて金属組織的に変化していることが考えられる。この点に関しては、更に金属学的な面からの詳細な検討が必要であろう。

Photo. 3 Comparison of the structures of the conventional, but infiltrated compacts which are produced by applying the pressure $p=0$ and $p=10 \text{ kg/cm}^2$.

Fig. 5 Joining of sintered iron compact and wrought iron S10C.

V 溶浸接合の応用例

次に、溶浸接合の応用例について述べる。Fig. 5 と Table 1 は溶解材（密度 100% の通常の材料）と鉄系焼結体を溶浸接合した場合の結果を示したものである。ここで、Fig. 5 においては溶解材として機械構造用炭素鋼 S10C を用いており、Table 1 では S55C を用いている。まず、Fig. 5 において図中の○印で示すものは、予備焼結体の密度を 3 種類変化させ、これと S10C を溶浸接合した場合の引張強さであり、●印で示すものは溶浸を施さずに焼結体と S10C を拡散接合した場合の引張強さである。焼結体に溶浸を施したものの引張強さは、母材が強化されて S10C の強度にそん色がなく、試験片は全て S10C の部分から破断し、接合面から破断することはなかった*。なお、○印と●印を比較すれば、拡散接合に対する溶浸接合の有効性が明らかである。一方、Table 2 に示した S55C との溶浸接合においては、焼結体に溶浸したものよりも溶解材の引張強さ (82.7 kg/mm²) が大きいために、焼結体の部分から破断した。このように S10C と S55C のいずれの場合においても、接合面から破断することがなく、焼結体もしくは溶解材で強度の劣る方から破断し、満足できる結果が得られた。

Photo. 4 は、穴付の溶浸接合部品を得るために、溶浸材を設置する位置を Fig. 1 のように予備焼結体の外側でなく、内側において接合した場合の成形例を示したも

Table 1 Tensile strength σ_t and reduction of area ϕ at the case when wrought iron S55C and sintered iron compact is joined by infiltration

Material	Tension test		Fracture surface
	σ_t (kg/mm ²)	ϕ (%)	
S55C+Sintered compact ($\rho_0=0.78$)	33.4	8.6	Not the joined interface (The part of sintered compact)
S55C+1%C Sintered compact ($\rho_0=0.78$)	73.6	8.6	Not the joined interface (The part of sintered compact)

Tensile strength of S55C: $\sigma_t = 82.7$ kg/mm²

* Fig. 5 と Table 1 に示した実験においては、* (85ページの脚注) のように接合部の直径を平行部の直径に比べて小さくしなかった。

Photo. 4 Joined hollow product by infiltration method.

のである。溶浸体を予備焼結体の内側に持ってくるための成形法としては、溶浸材と予備焼結体を異層材として成形するか、もしくは溶浸材を心金とみなして成形する方法などが考えられる。ここでは、溶浸材に相当する銅粉末を予備成形しておき、この外側に母材となる鉄粉を充てんして、溶浸材と母材を同時に圧縮成形した。このようにして得られたものを溶浸接合すると溶浸材が占めていた部分は穴の状態となり、溶浸接合によって穴付部品を得ることができる。

VI 結 言

鉄焼結体の溶浸接合において、接合部の機械的性質に及ぼす溶浸時間と溶浸温度の影響について検討すると共に、溶浸接合の応用例として溶解材との接合や穴付部品を成形する方法についても実験を行った。得られた結果は次のようである。

1) 最適な溶浸接合の条件は、1140°C, 60 min, もしくは 1200°C, 数 min であった。これらの条件で溶浸接合した場合、引張強さは前報までの接合条件の場合 (1400°C, 30 min) に比べて 3 kg/mm² 向上した。一方、絞りと衝撃値は 2 倍程度になり、延性と衝撃値の向上が極めて顕著であった。

2) 上記の適正な条件で接合した場合における溶浸接合体の引張強さ、絞りおよび衝撃値は、一体ものの溶浸体のそれらに比べて優れており、特に絞りと衝撃値が格段に向上した。

3) 溶解材との溶浸接合においても良好な結果が得られた。

4) 溶浸材を予備焼結体の内側に位置させることにより、穴付きの溶浸接合部品を得ることができた。

終わりに、本研究を行うに際してお世話になりました京都大学工学部大矢根守哉教授および島進助教授に謝意を表します。

文 献

- 1) 大矢根, 沖本, 佐藤: 粉体および粉末冶金, **26** (1979), 254.
- 2) 大矢根, 沖本, 佐藤: 粉体および粉末冶金, **26** (1979), 259.
- 3) 黒木, 古賀, 徳永: 粉体および粉末冶金, **20** (1973), 71.
- 4) J. E. Elliott: Metallurgia, **52** (1955), 226.
- 5) E. H. Rennhack: Progress in Powder Metallurgy, **17** (1961), 12.
- 6) 馬島, 栗野, 浜本, 木村: 粉体および粉末冶金, **16** (1969), 150.