研究

銅合金溶浸焼結鉄の機械的性質*

横田 勝**, 大黒 出***, 三谷 裕康****

Masaru Yokota, Izuru Daikoku and Hiroyasu Mitani: Some Mechanical Properties of Copper Alloy Infiltrated Iron Powder Compacts.

Some mechanical properties of copper alloy infiltrated iron powder compacts have been investigated. The infiltrants were pure copper, copper alloys containing up to 8wt%Fe, Ni or Mn and a copper alloy containing 2wt%Fe, Ni and Mn. The iron skeletons were used as green compacts and sintered compacts. In addition, the effect of heat treatments on the mechanical properties of the infiltrated specimen has been investigated. The results obtained are as follows:

- (1) Tensile strength of the copper infiltrated specimen increased rapidly with increasing infiltration time, and showed the maximum value at about 5 minutes infiltration. Beyond about 10 minutes it increased gradually with increasing infiltration time. Tensile strength of the Cu infiltrated iron green compacts was higher than that of the pre-sintered and Cu infiltrated iron powder compacts.
- (2) The addition of up to about 4wt%Ni or Mn to the Cu infiltrant was superior to that of Fe to the Cu infiltrant for the purpose of preventing the surface pitting of the infiltrated specimen.
- (3) The effect of various heat treatments after the infiltration and the water quenching of the infiltrated specimen on the mechanical properties has been determined. In general, the aging at 480°C for 30 minutes is desirable for improving the tensile strength, but the furnace cooling or the aging at 700°C for 20 minutes is recommendable for improving the ductility of the products. In addition, the Cu alloy infiltrated iron powder compacts aged at 700°C for 20 minutes showed a comparatively high tensile strength.

(Received July 21, 1981)

I 緒 言

機械構成部品としての鉄系焼結体を強化する方法に溶浸法があるが、この方法により製造された溶浸体の寸法調整が困難であることや、溶浸剤の不均一浸透に起因する諸性質のパラツキが大きいことなどにより、信頼性の高い製造法であるとは言い難い感があった。しかるに最近では、多くの研究者らにより溶浸機構や溶浸材の強化機構が明らかにされてきたことは言うに及ばず^{1)~7)}、原料鉄粉の品質管理が向上したこと、溶浸剤の質的改良がなされたこと、溶浸雰囲気管理が厳密になされることなどにより^{8),9)}、信頼性の高い溶浸焼結鉄材が得られるようになり、この製造法が再評価されつつある。

本実験では、上記のような観点に立って、溶浸焼結鉄材がさらに信頼性の高い焼結機械部品として使用されるべく、鉄圧粉体および鉄焼結体に純銅または銅合金を溶浸させ、それらの機械的諸性質を比較するとともに、水焼入れ後の熱処理の効果についても実験と検討を行った。

II 試料ならびに実験方法

本実験に使用した主原料の粉末は噴霧鉄粉（神戸製鋼

所製、アトメル 300 M）と電解銅粉（福田金属溶粉工業製、CE-8A）であり、それらの粉末特性を Table 1 に示す。また銅溶浸剤への添加剤として用いた鉄、ニッケルおよびマンガンはそれぞれ上記と同様の噴霧鉄粉、平均粒径 3 μm のカルボニルニッケル粉および -250メッシュの電解マンガン粉である。

被溶浸基材としては鉄圧粉体ならびにその焼結体の 2 種類を採用した。成形圧力は 2.4 t/cm² であり、多孔率は圧粉体および焼結体ともに 22.3±0.5 vol% であった。鉄基材の形状は長さ 25 mm、標点間距離 10 mm の dog-bone 状引張試験片と粉体粉末冶金協会標準 (JSPM 2-64) に準じた引張試験片とした。鉄基材の焼結条件は温度：1150°C、時間：30分、雰囲気：露点が -50°C 以下の精製水素気流中である。溶浸剤の被溶浸基材に対する量は、基材の多孔率に対して 20 vol% 増しとした。

溶浸方法は、溶浸剤を被溶浸基材の上に乗せ、炉内の

* 昭和56年7月21日受理

** 大阪大学工学部金属材料工学科，〒565 吹田市山田丘2-1

*** 同上，現在；株式会社武智工務所，大阪市東区高麗橋2の20 高麗新ビル

**** 同上，現在；高知工業高等専門学校，南国市物部新開乙200番1

Table 1 Characteristics of powders used in this experiments.

Powders	Particle size in mesh (wt%)						Purity (wt%)	Apparent density (g/cm ³)	Flow rate (s/50 g)
	100~150	150~200	200~250	250~300	300~350	-350			
Atomized iron	20.2	24.7	12.2	9.6	7.1	26.2	>99.5	3.00	22.0
Electrolytic copper	13.5	15.8	27.2	22.8	9.6	11.1	99.6	1.80	40.4

冷却部からあらかじめ溶浸温度に保持した炉の中心部へ移動させた。溶浸温度は 1120°C の一定とし、時間は所定の溶浸温度に達した後、1 分から 30 分まで種々変化した。雰囲気は上記と同様の精製水素気流中である。溶浸終了後は炉冷 (約 30°C/min)、炉端の冷却部に引き出して空冷 (約 80°C/min)、水焼入れした。また水焼入れしたものだけに、さらに鉄骨格側を強化するために 700°C で 20 分¹⁰⁾、480°C で 30 分²⁾ の時効処理も実施した。

以上により得られた溶浸焼結鉄を、溶浸前後の前記引張試験片における引張方向の寸法変化測定、硬さ測定、引張試験 (クロスヘッド速度; 2.5 mm/min) を行った。これらの実験結果は約 10 本 (最低 8 ~ 最高 15 本) の試験片から得られたものであり、以後の実験結果ではそれぞれ平均値として示した。さらに引張試験片の破面および断面の走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察および光学顕微鏡観察により、結果の検討も行った。

III 実験結果ならびに検討

III-1 銅溶浸焼結鉄の諸性質におよぼす溶浸時間の影響

銅溶浸焼結鉄の機械的性質、とくに引張強度とじん性を大きく変える因子の一つに溶浸時間がある^{2), 4)}。Fig. 1 は鉄圧粉体および鉄焼結体に純銅を 1~30 分まで変えた場合の引張強さ、硬さおよび伸びに関する結果をまとめて示し、溶浸前後の寸法変化も同時に示した。なお溶浸後はすべて空冷した。鉄圧粉体および焼結体に溶浸した場合には、引張強さはいずれも溶浸の始め約 5 分までは急激に上昇し、約 5 分で最大を示した後、わずかに減少するが、時間の経過とともにふたたび緩慢に上昇する傾向を示す。なお圧粉体に溶浸したものの方が焼結体に溶浸したものより、いずれの時間とも引張強さが高い。この原因は、焼結体では閉じた空隙がすでに内部に形成されており、溶浸剤が浸透しきれないのに対して、圧粉体では通気性が良好のため、溶浸剤が鉄骨格体内空隙部の細部にまで浸透したためと考える³⁾。事実両溶浸焼結鉄の密度を測定した結果、圧粉体に溶浸したものでは密度比が約 98% であったのに対して焼結体に溶浸したものは約 96% であった。一方両溶浸焼結鉄とも溶浸後約 5 分で引張強さが最大になることが観測された。この原因を検討するために、鉄圧粉体に純銅をそれぞれ 1 分、5 分ならびに 30 分溶浸後空冷したものにつき顕微鏡観察を

行った。その結果を Photo. 1 に示す。観察結果を総括すると、溶浸初期の 1 分では鉄骨格体の凹凸はほとんど変形しておらず原形をとどめており、鉄粒子同志がからみ合った状態で存在する。また黒色に腐食された合金相が少ないことより、液体銅中への鉄の溶解や固体鉄中への銅の拡散反応もあり進行しておらず、鉄骨格体と銅溶浸剤との結合が十分進行していない状態にあると考えられる。溶浸時間 5 分でも鉄骨格体はほとんど変形しておらず、鉄粉同志がまだ複雑にからみ合っているが、Fe-Cu 界面では反応がかなり進行し、その結合力が強固になっていることが予想される。溶浸時間が長い 30 分経過後では鉄粒子同志の焼結がほとんど進んでいないにもかかわらず、固-液間での反応はさらに進行し、固体鉄中へ銅が深く拡散浸透している様子がうかがわれるが、液

Fig. 1 The effect of infiltration time on the mechanical properties and the dimensional change for the as-pressed or the pressed and sintered iron powder compacts infiltrated with the pure copper at 1120°C for various infiltration times and then air cooled.

Photo. 1 Microstructures of the as-pressed iron powder compacts infiltrated with the pure copper at 1120°C for various infiltration times.

体銅中へも鉄が溶解し、その後析出と溶解をくり返すことによる鉄骨格表面の平滑化が進行したために、鉄粉同志のからみ合いによる強度を高める効果が低下したものと思われる。硬さに関しても前述の溶浸時間に対する引張強さと同様の傾向を示すが、ただ溶浸時間5分で、特別に変わった傾向は認められなかった。溶浸時間の経過とともに伸びは低下し、すでに報告された結果^{2),5)}と一致する。溶浸による鉄骨格体の膨張量も溶浸時間約5分までは時間の延長とともに急激に増大するが、約5分を越えると膨張量はほとんど一定となる。なお銅を鉄焼結体に溶浸させた方が鉄圧粉体に溶浸させた場合よりいずれの時間とも膨張量が小さいのは、すでに報告されているように^{2),5),12)}、鉄焼結体に比較して鉄圧粉体の方が、鉄粒子同志の接触点に銅液相が浸入しやすく、それらの接触を妨害し、分離させることによるものと考えるのが妥当である。

Ⅲ-2 銅溶浸剤へのニッケル、マンガンおよび鉄添加の影響

銅溶浸焼結鉄の肌荒れ防止や、機械的性質改善のために銅溶浸剤にニッケル、マンガン、鉄などを適量添加するのが一般的である^{13),14)}。Fig. 2 は機械的諸性質ならびに溶浸前後の寸法変化におよぼす銅溶浸剤への添加物の影響について示した。ただし被溶浸剤としての鉄骨格体は圧粉のままのものを使用した。また溶浸温度と時間はそれぞれ 1120°C、30 分間であり、溶浸終了後は空冷した。銅溶浸剤に鉄を 8% まで添加したものでは引張強さはほとんど変化せず一定となるが、ニッケルおよびマンガンを追加するとそれらの添加増量に応じて引張強さは単調に上昇する。ただし、マンガン添加の方がニッケル添加よりもその効果は大きい。硬さも溶浸剤への添加量の増加に応じて引張強さと同様の傾向をたどるが、伸び率は添加量に応じて引張強さや硬さとは逆に減少する傾向を示す。溶浸前後の寸法変化のうちマンガン添加のものだけは複雑な挙動を示し、約 4% で膨張量は最大となった後、マンガン量の増加に応じて減少する傾向を示す。

銅溶浸剤へのニッケル、マンガンなどの添加は主として機械的性質の改善を目的とする^{11),13)}のに対して鉄添加は溶浸焼結鉄の肌荒れを防止するために添加するものとされている¹²⁾。本実験による各種添加量を加えた銅合金を溶浸した鉄圧粉体の表面観察を SEM により行った。その結果を Photo. 2 に示す。写真はいずれもダイス壁面側の凹凸像である。一般に銅溶浸剤にあらかじめ鉄を加えて液体銅になった段階で鉄を飽和させておくと溶食による肌荒れは防止できるとされているが²⁰⁾、本実験結果ではこの方法がかならずしも妥当な手段であるとは思われない。むしろニッケルまたはマンガンを含 4%

Fig. 2 The effect of additives in copper infiltrant on the mechanical properties and the dimensional change for the as-pressed iron powder compacts infiltrated with copper alloys at 1120°C for 30 minutes and then air cooled.

Photo. 2 S.E.M. images of the as-pressed iron powder compacts infiltrated with various copper alloys at 1120°C for 30 minutes and then air cooled.

まで加えた場合の方が表面の平滑程度は良好である。ただしこれら添加物を8%加えたものでは逆に表面の平滑さは保たれていない。以上の添加物による溶浸体表面の肌荒れの傾向は液体銅への鉄の溶解に対するマンガンならびにニッケルなど添加物の影響、ならびにそれら各液体銅合金における表面張力¹⁵⁾や粘性¹⁶⁾などの諸性質を知ることにより、解明されるものと考えられる。Photo. 3は銅溶浸剤に添加物として鉄、ニッケルおよびマンガンをそれぞれ2, 4, 8%加えて鉄圧粉体に溶浸させた場合の上面と側面の写真であり、参考までに示した。鉄を4%以上添加した場合、ニッケルおよびマンガンを8%添加した場合にはとくに上面の肌荒れがはげしいことがわかる。またニッケルを8%添加したものでは、溶浸材の上部と下部において鉄中への銅およびニッケルの固溶量が異なるため¹⁷⁾¹⁸⁾、とくにカーケンドール効果、などに起因した寸法増大¹⁹⁾の不均一さが顕著となり、変形の程度がはげしい原因になったものと思われる。

Ⅲ-3 機械的諸性質におよぼす熱処理の影響

銅または銅合金を鉄多孔質体に溶浸した後の熱処理条件によって機械的諸性質は大きく変化することが予想さ

れる。前項では溶浸後空冷したものについてのみ述べたので、ここでは溶浸後炉冷、水焼入れ、水焼入れ後溶浸剤の銅合金側を主として強化する目的で700°Cにて20分間時効してから水焼入れ、および主として鉄骨格側を強化する目的で水焼入れ後480°Cで30分間時効後水焼入れしたものにつき、それらの機械的性質を測定した。ただし被溶浸基材はすべて前述と同一条件による圧粉のままのものを使用した。Table 2はそれらの結果を示したものであり、前項の空冷に関する結果も比較のため同時に記した。引張強さは総じて炉冷、700°C時効、空冷、水焼入れ、480°C時効の順に上昇しており、とくに480°C時効では引張強さを高める効果大きい。なおこの場合の結果は木村ら⁹⁾が報告した実験結果と良く一致する。硬さおよび伸び率は上の傾向に対して炉冷および700°C時効のものがそれぞれほとんど同じ程度の値を示し、じん性に富むが、水焼入れおよび480°C時効のものではほとんど同じ程度のじん性が乏しい性質を示す。とくに700°C時効のものでは引張強さも比較的高く、じん性に富んだ熱処理条件ということができる。Photo. 4は上記各試料のうち溶浸後の熱処理として、空冷および

Photo. 3 Appearance of the as-pressed iron powder compacts infiltrated with various copper alloys at 1120°C for 30 minutes and then air cooled.

(i) Air cooled after Infiltration

(ii) Aged at 480°C for 30 min after infiltration

Photo. 4 Fractographs of the as-pressed iron powder compacts infiltrated with various copper alloys at 1120°C for 30 minutes and then air cooled after infiltration or aged at 480°C for 30 minutes after infiltration and water quenching, respectively.

Table 2 Mechanical properties of the as-pressed iron powder compacts infiltrated with the copper alloys at 1120°C for 30 minutes and then heat treated with various conditions after the infiltration.

Infiltrants	Mechanical properties	Heat treatments after infiltration				
		Furnace cooling	Air cooling	Water quenching	Aging at 700°C	Aging at 480°C
Cu(+4%Fe)	UTS (kg/mm ²)	32.5	49.3	55.5	45.4	56.2
	Hardness (H _B)	76.7	78.1	83.4	75.5	86.8
	Elongation (%)	17.3	8.9	3.5	10.9	2.5
Cu+4%Ni	UTS (kg/mm ²)	35.1	55.2	56.4	47.7	60.5
	Hardness (H _B)	76.5	81.3	84.9	76.5	86.5
	Elongation (%)	15.0	7.6	2.4	8.4	2.8
Cu+4%Mn	UTS (kg/mm ²)	35.9	58.3	60.3	47.4	53.7
	Hardness (H _B)	67.1	82.5	86.8	75.6	92.8
	Elongation (%)	13.9	7.0	1.6	8.8	2.9
Cu+2%Fe +2%Ni+2%Mn	UTS (kg/mm ²)	34.7	52.9	56.4	47.9	66.3
	Hardness (H _B)	68.3	82.9	84.7	78.6	90.9
	Elongation (%)	12.9	6.7	1.9	6.7	2.4

480°C 時効処理を施した後の引張破断面に関する SEM 像であり、空冷したものでは一般的に銅溶浸剤側でじん性が保たれ、Fe-Cu 界面または銅溶浸剤内部で最終の破断に到るが、480°C 時効したものでは銅合金側も強化され、銅溶浸剤内部はもとより、鉄粒子の内部でも破断している部分が観察された。

IV 結 言

鉄圧粉体および鉄焼結体に純銅または銅合金を溶浸させ、それらの機械的性質を比較するとともに、熱処理の効果についても実験と検討を行った。得られた結果を要約するとつぎのようになる。

(1) 鉄圧粉体および鉄焼結体に純銅を種々時間変えて溶浸させた結果、約 5 分で引張強さは最高となり、その後時間の経過とともにいったんわずかに低下するが、約 10 分経過するとふたたび緩慢に上昇した。なお鉄圧粉体に純銅を溶浸させたものの方が、鉄焼結体に溶浸させたものよりも引張強さは総じて高い値を示した。

(2) 溶浸剤としての銅に鉄、ニッケルおよびマンガンを追加して溶浸体の肌荒れの程度を比較した結果、鉄を追加したものでは効果はほとんどなく、ニッケルまたはマンガンをも 4% 添加した場合の方が肌荒れ防止の効果は大であった。

(3) 溶浸後の熱処理による機械的性質を比較した結果、溶浸剤がいずれのものも 480°C で 30 分間時効した場合に引張強さが最も高くなる。じん性は炉冷したもの、および 700°C で 20 分間時効したものが高く、とくに 700°C で 20 分間時効した場合には引張強さも比較的の高い値を示した。

最後に、実験試料の一部を提供していただいた神戸製鋼所の坂本績氏に感謝するとともに、走査型電子顕微鏡観察の便宜を画っていただいた大阪府立工業技術研究所の花立有功工学博士に深甚の謝意を表します。

文 献

- 1) K. A. Semlak and F. N. Rhines: Trans. AIME., **212** (1958), 325.
- 2) 渡辺, 大淵: 粉体および粉末冶金, **15** (1968), 118.
- 3) 大淵, 渡辺: 粉体および粉末冶金, **16** (1970), 356.
- 4) 木村: 粉体および粉末冶金, **18** (1971), 83.
- 5) T. Kimura and H. Hamamoto: *Modern Developments in Powder Metallurgy*, vol. 8 (1974), 135.
- 6) J. Lezanski and W. Rutkowski: Planseeberichte für Pulvermetallurgie, **23** (1975), 195.
- 7) 横田, 原, 大畑, 三谷: 粉体および粉末冶金, **26** (1979), 283.
- 8) L. A. Zagorski and E. J. Eckel: Int. J. Powder Metallurgy, **7** (1971), 41.
- 9) M. V. Veidis: Int. J. Powder Met. & Powder Tech., **10** (1971), 101.
- 10) S. Hori and S. Saji: Tech. Rept. Osaka Univ., **19** (1969), 401.
- 11) 中西, 橋本: 粉体および粉末冶金, **15** (1968), 268.
- 12) J. F. Kuzmic and E. N. Mazza: J. Met., **118** (1950), 1218.
- 13) J. E. Elliot: Metallurgia, **52** (1956), 226.
- 14) 松山, 三谷, 鈴木: 総説粉末冶金学, 日刊工業新聞社, (1979), 169.
- 15) V. V. Fesenko, V. N. Eremenko and M. I. Vasiliiu: Zh. Fiz. Khim., **35** (1961), 1750.
- 16) S. Z. Beer: *Liquid Metals*, Marcel Dekker, Inc., New York, (1972), 431.
- 17) G. Bockstiegel and A. Bläse: Powder Met. Int., **3** (1971), 137.
- 18) E. Snape: Powder Met. Int., **6** (1974), 20.
- 19) 横田, 野瀬, 三谷: 日本金属学会誌, **44** (1980), 1007.