Cu-Sn-P-MoS₂ 系焼結合油軸受の製造*

河 野 通**, 西 野 良 夫**

Tohru Kohno and Yoshio Nishino: A Trial Manufacture of Cu-Sn-P-MoS₂ Type Oil Impregnated Sintered Bearing.

A manufacture of Cu-Sn-P-MoS₂ type oil impregnated sintered bearing for high speed revolution applications was tried and the following results were obtained.

- 1) To obtain a satisfactory yield of MoS₂ added, sintering under about 750°C is necessary even in the case of large MoS₂ particles (average particle size; 6 μm) used in this experiment.
- 2) In the sintering of Cu-Sn-P compacts added MoS₂, Cu-P-Mo-S compounds are formed at the surface of MoS₂ particles in the range of 700–750°C. As the volume of the surface layer of MoS₂ particles increases during the formation of these compounds, the adhesion between MoS₂ particles and the matrix can be well improved.

It can be expected in this Cu-Sn-P-MoS₂ type bearing that the thin layer of the reaction product formed around the MoS₂ particles above mentioned acts as a kind of binder between the matrix and the MoS₂ particles, thus prevents the solid lubricant (MoS₂) from mixing into the lubricant oil under hydrodynamic condition of high speed revolutions; such an excessive mixing in general worsens the running performance under hydrodynamic lubrication of the bearing.

(Received September 16, 1982)

I 緒 言

著者らは、前報で、高速軸受試験機を試作し、従来の運転条件と比較して焼結合油軸受における低荷重高速度領域での潤滑の様相を調べた^{1,2)}。そしてさらに、従来の Cu-Sn 系軸受および Cu-Sn-C 系軸受を用いて実験を行ない、焼結合油軸受が実際の高速回転機器に組み込まれた場合に生じる潤滑の様相について考察し、高速回転用焼結合油軸受に要求される特性とその製造にあたっての問題点を明確にした³⁾。すなわち、起動時の過酷な境界潤滑状態を緩和するためには、マトリックスを強化し、さらに固体潤滑剤を添加することが必要であるが、軸受に固体潤滑剤を従来のような方造で添加したのでは、境界潤滑状態を経て、定常時の流体潤滑状態へ移行した場合、潤滑油中に徐々に固体潤滑剤がけんどくしていき、潤滑油の見かけの粘度を上げ、摩擦係数および軸受温度を上昇させてしまう。そこで、高速回転用焼結合油軸受の製造については、過酷な境界潤滑状態では効果を発揮し、流体潤滑状態では、マトリックスに保持された形で潤滑油中に過度にけんどくしないような固体潤滑剤の添加方法の開発が最も重要な点であろうと思われた。

さて、従来の Cu-Sn 軸受に P を添加すると、特に過酷な境界潤滑領域で優れた性能を示す焼結合油軸受が製造できることはすでに報告⁴⁾した。著者らは今回、この

Cu-Sn-P 系軸受に、さらに固体潤滑剤として MoS₂ を添加して高速回転用焼結合油軸受の製造⁵⁾を試みた。

本報告では、この Cu-Sn-P-MoS₂ 系焼結合油軸受の製造、特に焼結過程における MoS₂ とマトリックスの反応について詳しく述べる。

II 実験方法

本実験に使用した固体潤滑剤以外の原料粉末は、前報³⁾と全く同じ電解 Cu 粉 (福田金属箔粉工業; CE-15)、噴霧 Sn 粉 (同; Sn-At-W-250)、噴霧銅りん粉 (日本アトマイズ加工; 共晶組成-350mesh) である。MoS₂ 粉末は Table 1 にその粒度分布を示したような粗大粉 (日本モリブデン; T-400, F. S. S. 6μm) であり、Photo. 1 はその

Table 1 Typical particle size of T-400 determined by screen analysis.

Screen mesh	wt%
+100	0
100~200	15
200~300	35
300~400	40
-400	10

* 一部、1980年国際粉末冶金会議 (Washington D. C.) で発表, 昭和57年9月16日受理

** (株)三菱金属中央研究所, 〒330 大宮市北袋町1-297

Photo. 1 Observation of MoS₂ powder used in this experiment by SEM.

外観写真である。なお比較のために一部、微細粉（日本モリブデン；A, F. S. S. 1 μm）も使用した。また MoS₂ 粉末の補助として天然黒鉛粉（日本黒鉛工業；CB150）を使用した。

これらの粉末の混合、成形、焼結はすべて前報⁹と全く同様の方法で行なった。そして、焼結体の諸特性の測定、および必要に応じて光学顕微鏡、EPMA による組織観察さらにX線回折を行ない Cu-Sn-P 系に添加した MoS₂ の焼結中の挙動、すなわち MoS₂ の分解、マトリックスとの反応等について詳しく考察した。

III 実験結果および考察

成形体中に MoS₂ を固体潤滑剤として添加する場合、確実に MoS₂ が歩留まる温度で焼結するのが一般的な方法* であろう。Fig. 1 は粒度の異なる二種類の MoS₂

Fig. 1 (002) diffraction intensity of MoS₂ vs sintering temperature on the surfaces of Cu-9Sn-7MoS₂ compacts pressed at 3.6 t/cm² and sintered at each temperature for 30 min in H₂.

* 特別な例として、津谷ら⁹⁾は、Cu または Cu と Ta に MoS₂ と WS₂ を混合し、黒鉛型につめ大気中で通電加圧焼結して試料を作り、通常の X 線回折法では MoS₂ および WS₂ の残留が認められないにもかかわらず潤滑性能が良好であると報告をしている。

粉末を Cu-9%Sn 組成に 7wt% 添加して各温度で 30min 焼結後、試料表面の残留 MoS₂ の (002) 回折強度を測定した結果である。微細粉末 (Grade A) を混合した場合、700°C ですでに焼結前の強度の 1/2 以下となり、800°C 以上の焼結では、ほとんど完全に分解してしまう。本試作に用いた粗大粉末 (Grade T-400) の場合は、比較的高温まで歩留まるが、やはり 750°C 以上の焼結によって急速に分解し、800°C 焼結では、回折強度は約 1/10 に低下してしまう。このように MoS₂ をある程度 (少なくとも半分程度) 歩留まらせるためには、本試作に用いた粗大粉末を使用しても約 750°C 以下で焼結することが必要である。通常 Cu-Sn 系混合粉をこのような低温度で焼結するのは非常にむずかしいが、前報で述べたように、Cu-Sn 系に P を添加することにより可能となる。

そこで焼結中における Cu-Sn-P マトリックスと MoS₂ との反応について詳しく検討を加えた。Photo 2 は、Cu-9%Sn-0.7%P-7%MoS₂ 組成成形体を 750°C で焼結し、その組織を EPMA により観察したものである。これから分かるように、Sn は MoS₂ とほとんど反応しないが、Cu および P が焼結中に MoS₂ 中へ拡散し、MoS₂ 粒子のまわりに Cu-P-Mo-S 組成の化合物を形成する。写真の左上にみられる粒子 (矢印で示した) においては、MoS₂ の中心部まで Cu および P の拡散が進み、粒子全体がすでに Cu-P-Mo-S 組成の化合物に変化している。そして、試料作製時の研磨によっても、マトリックスからはく離していないことから、この化合物は、MoS₂ のような層状構造による潤滑性を失っていると判断できる。このような化合物が、MoS₂ 粒子のまわりに薄く形成されれば、一種のバインダーのように、MoS₂ をマトリックスに保持させ、軸受運転時における MoS₂ の油中への過度のけんだく³⁾ が防止できると思われる。

そこで、この化合物の形成の過程を詳しく知るために、64%Cu-3%P-33%MoS₂ 組成* の成形体を 550~750°C で焼結し、X 線回折を行なった。また成形体の体積変化および密度も測定した。X 線回折の結果焼結温度 550~700°C までは、添加原料のピークのみが認められたが、Cu₃P と MoS₂ のピークは焼結温度が高くなるにつれて減少した。750°C で焼結した試料では、Cu₃P のピークは検出されず、未知回折線が現われた。これが上述の Cu-P-Mo-S 化合物の形成によるものであり、この化合物は 700°C から 750°C 間の焼結によって形成されることが知られた。Fig. 2 に代表例として 700°C および 750°C でそれぞれ焼結した試料の X 線回折の結果を示した。

* 反応生成物の量が X 線回折でそのピークを検出できるように、Cu/(P+MoS₂) の比が容積で 1:1 になるような組成である。

Photo. 2 X-ray scanning images of Cu-9Sn-0.7P-7MoS₂ compact pressed at 3.6 t/cm² and sintered at 750°C for 30 min.

Fig. 3 は、焼結温度に対する試料の体積変化および密度変化を示すものである。550°C から700°C までは、体積および密度共にほとんど変化しないが、700°C から750°C の間に著しい膨張（密度低下）が認められる。このことは、Cu-P-Mo-S 化合物が MoS₂ 粒子のまわりに形成

される時に、MoS₂ 粒子とマトリックス間の密着が良好となることを示している。

われわれが種々検討した Cu-Sn-P-MoS₂ 系組成のうちで、Cu-9%Sn-0.4%P-3%MoS₂-0.5%C 組成が最も代表的なものである。Fig. 4 および Fig. 5 に本組成混合粉を 2t/cm² で成形し、各温度で 30min 焼結した場合の焼結温度に対する寸法、密度、含油率、圧環強さおよび通気度の変化の様相を示した。比較のために、前報⁴⁾ で述べた Cu-9%Sn-0.4%P 組成の結果も示した。本組成混合粉の焼結の様相が Cu-9%Sn-0.4%P 組成混合粉のそれと基本的に異なる点は、700~750°C の間に、Cu-P-Mo-S 化合物の形成による膨張（密度低下）がみ

Fig. 2 X-ray diffraction patterns of 64Cu-3P-33MoS₂ compacts.

- a) sintered 700°C for 30 min in H₂.
- b) sintered 750°C for 30 min in H₂.

Fig. 3 Relation between sintering temperature, and volume change and sintered density of 64Cu-3P-33MoS₂ compact.

Fig. 4 Dimensional change, sintered density and oil content vs. sintering temperature for Cu-9Sn-0.4P-3MoS₂-0.5C and Cu-9Sn-0.4P compacts.

Fig. 5 Radial crushing strength constant and permeability vs. sintering temperature for Cu-9Sn-0.4P-3MoS₂-0.5C and Cu-9Sn-0.4P compacts.

られ、含油率が上昇し圧環強度が低下することである。そして、さらにこの間の密度低下の影響によって、750～800°C 間のいわゆる“液相焼結”領域⁴⁾においても通気度の低下が認められない*。

* もちろん、800°C 以上の焼結では、さらに多量の液相が発生し、密度上昇と共に通気度も低下すると予想される。

Photo. 3 X-ray scanning images around MoS₂ particle in Cu-9Sn-0.4P-3MoS₂-0.5C compact pressed at 2 t/cm² and sintered at 725°C for 30 min.

Photo. 3 は、725°C で焼結した試料の組織の MoS₂ 粒子の周囲の P の分布を EPMA により観察した結果である。これにより、MoS₂ 粒子のまわりに上述した Cu-P-Mo-S 化合物が形成されていることが確認できる。

IV 結 論

Cu-Sn-P-MoS₂ 系焼結含油軸受の製造を試み、以下の結果を得た。

- 1) 添加した MoS₂ を十分に歩留まらせるには、本実験で用いた粗大粉末 (平均粒径 6 μm, F. S. S) の場合でも、約 750°C 以下の低温度で焼結することが必要である。
- 2) Cu-Sn-P 系成形体に MoS₂ を添加して、700～750°C の間で焼結すると、MoS₂ 粒子の表面に Cu-P-Mo-S 組成化合物が形成される。そしてこの化合物が形成される時に MoS₂ 粒子の表面層の体積が膨張するので、MoS₂ 粒子とマトリックスとの密着が良好となる。

本 Cu-Sn-P-MoS₂ 系焼結含油軸受を、高速軸受に適応した場合、上述した化合物が、一種のバインダーのように、MoS₂ をマトリックスに保持させ、流体潤滑状態における固体潤滑剤 (MoS₂) の潤滑油への過度のけんだくが防止できると予想される。

終りに、実験に協力された沢口弘志氏に心より感謝いたします。

文 献

- 1) 河野, 西野: 粉体および粉末冶金, **28** (1981), 95.
- 2) 河野, 西野: 粉体および粉末冶金, **28** (1981), 101.
- 3) 河野, 西野: 粉体および粉末冶金, **30** [5] (1983), 掲載予定.
- 4) 河野, 西野: 粉体および粉末冶金, **30** (1983), 146.
- 5) T. Kohno and Y. Nishino: Modern Development in Powder Metallurgy, vol. 12, 855.
- 6) 津谷, 梅田, 上原, 勝村, 白石: 粉体粉末冶金協会, 昭和52年度秋季 (大阪) 大会講演概要集, (1977), 28.