研究

圧延を施した焼結鉄ならびに鉛溶浸焼結鉄の 内部摩擦について*

横 田 勝**, 森 口 秀 樹**
高 瀬 朗***, 庄 司 啓一郎†

Masaru Yokota, Hideki Moriguchi, Akira Takase and Keiichiro Shoji: Influences of Cold Rolling and Annealing on the Internal Friction of Iron Sintered Compacts and Lead Infiltrated Iron Sintered Compacts.

For the purpose of estimating the damping capacity of composite structure type lead infiltrated iron compacts, the internal friction of them and of Fe sintered compacts for a comparison were measured, and influences of cold rolling and annealing on the internal friction were also studied. Results obtained were as follows:

(1) The internal friction of Fe sintered compacts increased with an increase of porosity of compacts up to about 26%. Beyond that, the internal friction was retained almost constant value regardless of an increase of porosity of compacts. The internal friction of Fe sintered compacts could be enhanced remarkably by the rolling. But the enhanced internal friction was thermally unstable, and was reduced to the level of as-sintered condition after a short-time annealing.

(2) The internal friction of Pb infiltrated Fe sintered compacts also increased with increasing both the Pb infiltration ratio and the rolling reduction. The internal friction of this material was thermally stable, i.e. the reduction ratio of internal friction was approximately one fifth after a prolonged annealing time. The damping mechanism of this material is thought to be mainly due to the absorption of vibration energy by the external friction at the interface between Fe skeleton and Pb infiltrant.

(Received October 3, 1986)

I 緒 言

焼結鉄に振動減衰能の高い鉛を溶浸させることによって、鉄骨格体部で強度を、鉛溶浸体部で防振性を分担させた複合型焼結防振合金の製造が期待される^{1,2)}。

本実験では鉄-鉛系の防振性焼結合金を作製する立場から焼結鉄ならびに鉛溶浸焼結鉄の内部摩擦を測定するとともに、その後の圧延加工や熱処理を施した場合の内

部摩擦におよぼす影響について検討した。

II 試料ならびに実験方法

実験に使用した原料粉は市販噴霧 Fe 粉であり、その特性を Table 1 に示す。圧粉成形はステアリン酸 Zn による型潤滑にて行った。圧粉体の形状ならびに寸法は板状の幅 10 mm, 長さ 100 mm, 厚さ 2.0, 2.5 および 3.0 mm とした。成形圧力は多孔率を種々変化させる目的で、

Table 1 Characteristics of iron powder used in the present experiment.

Chemical Composition (%)	C	Si	Mn	P	S	H ₂ loss	HCl insol.
	0.0017	Tr	0.21	0.08	0.016	0.14	0.08
Particle Size in Mesh (%)	+80	+100	+150	+200	+250	+350	-350
	0.6	5.4	19.3	23.8	10.1	13.8	23.8

Apparent density (g/cm³); 3.00, Flow rate (s/50 g); 22.0

* 昭和59年5月本協会春季大会にて一部発表, 昭和61年10月3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.

*** 大阪大学大学院, [現] (株)日本鋼管.

† 大阪大学工学部, [現] 近畿大学理工学部.

Fig. 1 Apparatus for the infiltration experiment.

245, 204, 163 MPa の 3 種類とした。以上により得られた圧粉体はすべて精製 H_2 気流中で温度 1423 K, 時間 7.2 ks 焼結後急冷した。焼結 Fe への Pb 溶浸は Fig. 1 に示す縦型炉中で, 焼結 Fe を Pb 浴中に強制浸漬させた。ふん囲気は精製 H_2 気流中であり, 温度は 1123 K, 時間は 600 s の一定とした⁹⁾。この条件下での Pb 溶浸率は約 90 vol% (溶浸した Pb 体積/焼結 Fe の多孔量) の一定であった。焼結 Fe または Pb 溶浸焼結 Fe の塑性加工には圧延機を使用し, 圧延率は 7~37% の範囲とした。圧延加工後の焼鈍温度は 423, 473 および 523 K の 3 種類である。

内部摩擦の測定に供した試料の作製工程は Fig. 2 に示すとおりであり, 図中のアルファベット記号は以下に示すような試料の作製条件を区別してある:

S: sintered at 1423 K in H_2 gas,

R: rolled at room temperature,

I: infiltrated at 1123 K for 600 s,

Fig. 2 Schematic diagram for the preparation of specimens.

ただし, 圧延加工した試料(R)に関しては, 圧延直後に内部摩擦の著しい上昇がみられ, 室温にて放置中にも時間の経過とともに内部摩擦が大きく減少する。いわゆる Köster 効果⁴⁾ が認められた。そこで本実験ではこのような効果が関与しない領域での検討をするために, 圧延した試料はすべて 24~48 時間室温にて放置したのち, 内部摩擦を測定した。この期間放置後での内部摩擦の回復率は 95% 以上であった。

内部摩擦の測定には電磁式横振動法を採用した。本方法では試料中央部での最大歪み振幅を $10^{-7} \sim 10^{-4}$ の範囲で変化させることが可能である。

III 実験結果ならびに考察

(1) 焼結 Fe の多孔率と内部摩擦との関係

一般に焼結 Fe 中には空隙があるので, 外部から応力が付加されると, 空隙周辺部の応力集中による局部的塑性変形が起こり, 内部摩擦は上昇することが予想される^{*}。Fig. 3 は水素気流中, 1423 K, 7.2 ks による焼結 Fe の多孔率と内部摩擦との関係を示した。ただし最大歪み振幅(以後, $\epsilon_{\max}$ と略記する)は 2.0×10^{-6} の場合を採用した。内部摩擦は多孔率 26% 付近までは単調に上昇するが, それ以上になるとほとんど変化しなくなり, 飽和しないし, むしろ減少の傾向を示す。ここで西田⁷⁾ は弾性体の中に円孔が正三角形配列に含まれる場合の弾性体内の応力分布を観察し, 円孔の大きさが $\rho/p \approx 0.5$ (ρ : 円の半径, p : 円中心間距離) 以下では円孔の周辺に応力集中が起こりやすく, $\rho/p \approx 0.5$ 以上では応力は弾性体内で

Fig. 3 Relation between the internal friction and the porosity for the iron compacts, sintered at 1423 K for 7.2 ks.

* 多孔質体金属においては見かけの歪み応力が, その金属の真の降伏応力以下であっても, 局部的塑性変形が生ずることは周知の事実である。例えば, 吉川, 串田ら^{5), 6)}は焼結 Fe についてその応力-歪みの関係を調べたところ, 1 kgf/mm² 以下の応力で塑性歪みが生ずることを報告している。見かけの付加応力が小さい場合でも多孔質体中の空隙周辺部に応力集中が発生することも事実であり, 空隙の周辺部ではその形状次第では応力集中は非常に大きくなるものと思われる。

Fig. 4 Relation between the internal friction and the maximum strain amplitude for the rolled iron compacts, sintered at 1423 K for 7.2 ks.

均一に分布すると述べている。また Suzuki ら⁸⁾ も Fe-Cr-Mo 焼結防振合金について $p/p \approx 0.5$ に相当する多孔率約26%で内部摩擦が増加から減少へと移行することを報告しており、本実験の結果と同様の傾向があることをすでに述べている。なお今回は多孔率を32%までの範囲で変化させたのであるが、その間、内部摩擦は $1.5 \sim 2.2 \times 10^{-4}$ の範囲で変化するだけであり、多孔率を変化させるだけでは防振材料としての内部摩擦を高めることは不可能と思われる。

(2) 焼結 Fe の内部摩擦におよぼす圧延加工の影響

焼結 Fe を再圧縮または表面研削加工すると内部摩擦が異常に高くなることを三浦らがすでに報告している^{9,10)}。本実験では片状黒鉛焼鉄や圧延鉄などの複合型防振合金と同様、Fe-Pb 系複合型防振合金を対象としており、Pb 溶浸焼結 Fe を圧延加工することにより方向性を有する組織にして内部摩擦を高めることが主目的である。その目的に従ってまず溶浸材の骨格となる焼結 Fe を圧延率36%までの範囲で変化させた場合の内部摩擦を測定した。Fig. 4 は圧延前の多孔率が30.0%の焼結 Fe に関する結果であり、 $\epsilon_{\max}$ と内部摩擦との関係を示した。図から明らかなように、 $\epsilon_{\max} \approx 4.0 \times 10^{-5}$ までの範囲内では歪み振幅依存性は認められず、圧延率の増加にともなって歪み振幅非依存領域での内部摩擦が著しく上昇するだけである。

以上の焼結 Fe に関する圧延率と内部摩擦との関係を Fe 溶製材の場合と比較するために、電解 Fe を真空溶解

Fig. 5 Relation between the internal friction and the maximum strain amplitude for the rolled bulk iron.

したのち、種々の圧延率による試料について同様の実験を行った。得られた結果は Fig. 5 に示すとおりであり、焼鈍を十分行った試料では低歪み振幅域で約 2×10^{-4} の低い値となり、 $\epsilon_{\max}$ の増加とともに内部摩擦は上昇し、典型的な強磁性型静履歴と転位型静履歴の複合による内部摩擦の上昇がみられる^{11,12)}。上記完全焼鈍材に8.8%の圧延加工を施すと、内部摩擦は高歪み振幅域までほとんど上昇しないのは主に内部応力の蓄積のため磁区壁の移動が困難になるためと考えられる¹¹⁾。一方圧延率を34.7%に上昇させると、内部摩擦と $\epsilon_{\max}$ の曲線関係において、歪み振幅非依存内部摩擦は高歪み振幅域側にまで拡がり、 $\epsilon_{\max} \approx 10^{-5}$ を越えて初めて歪み振幅依存性が現れるが、それ以下での歪み振幅非依存内部摩擦は圧延率8.8%の場合の約3倍にしか上昇していない。ここで歪み振幅非依存内部摩擦の加工による上昇は自由転位が多量に導入されること、および不純物により固着していた転位が解放されることによるものとされているが¹³⁾、Fig. 4 および 5 を比較すると、同じ圧延率によっても溶解 Fe の場合に比較して、焼結 Fe の方が内部摩擦の上昇率は異常に高く、このような現象は焼結 Fe に特有のものであると考えられる。

(3) 焼結 Fe の種々後処理による内部摩擦の変化

前項で述べたように焼結 Fe に圧延加工を施すことにより、内部摩擦を大きく上昇させることが明らかとなったので、つぎに機械的性質を改善するための再焼結や、より一層の高減衰能の材料を得るために、Pb 溶浸などの処理を行った。Fig. 6 に焼結 (S)、圧延 (R)、溶浸 (I) などを種々組合わせた試料の内部摩擦をまとめて示す。同図において内部摩擦値の大小により3区分することができる。まず焼結のまま (S) や、焼結後圧延して再び焼結したもの (SRS) では約 2×10^{-4} の最も低い内部摩擦を示し、つぎに試料作製工程の最後に Pb 溶浸をしたもの (SI, SRI, SRSI) では S および S'RS' に比べて内部摩擦は約2~3倍上昇するにすぎない。一方焼結後圧延したもの (SR) や焼結後 Pb 溶浸し、圧延したもの (SIR) お

Fig. 6 Relation between the internal friction and the maximum strain amplitude for the various iron compacts.

よび後述の SIR を 423 K で焼鈍したもの (SIRH) では、内部摩擦は S または SRS に比べて約 10 倍も増加していることがわかる。要するに、試料の作製工程における熱履歴の最終段階が焼結のまま (S) や溶浸 (I) で終わった試料、すなわち焼鈍が十分な試料については内部摩擦の上昇は期待できず、最後に圧延加工 (R) を施すことによってのみ内部摩擦の上昇をはかることが可能である。

(4) 焼結 Fe 圧延材および Pb 溶浸焼結 Fe 圧延材の内部摩擦におよぼす焼鈍の影響

(a) 焼結 Fe 圧延材

上で述べたように、圧延加工によって飛躍的に内部摩擦を高めることができるのであるが、これは圧延加工によって導入された多量の自由転位の挙動が内部摩擦に大きく寄与しているものと思われ^{4,9,10,14}、歪み取り焼鈍に相当する低温焼鈍によっても内部摩擦は大きく変化することが予想される。したがって焼結 Fe を圧延後、焼鈍した場合の内部摩擦を測定した。ただし、ここではすでに実験方法の項で述べたように、Köster 効果の影響をなくすために、圧延後 24 時間以上室温にて放置後、内部摩擦を測定した。まず 29.4% の圧延加工を施した試料を室温から 553 K まで約 20 K の間隔で 600 s の等温焼鈍を行い、内部摩擦を測定した。その結果を Fig. 7 に示す。内部摩擦は約 430 K から急激に変化し始め、約 550 K で完全に回復するのが確かめられた。この結果より、Fe 骨格体部の加工による内部摩擦の上昇は温度に対して敏感に変化すると思われるので、加工後種々の温度で

Fig. 7 Influence of annealing temperature on the internal friction for the rolled iron compacts, sintered at 1423 K for 7.2 ks.

等温焼鈍を行い、時間に対する内部摩擦の変化を調べた。得られた結果を Fig. 8 に示す。ただし横軸は時間を、縦軸は内部摩擦の比 (Q_A^{-1}/Q_R^{-1})、すなわち所定の温度で種々時間焼鈍した場合の内部摩擦 (Q_A^{-1}) に対する焼鈍前の内部摩擦 (Q_R^{-1}) の比として示した。図で明らかに、焼鈍時間に対する内部摩擦は熱活性の回復過程を示しており、焼鈍温度が高いものほど回復は短時間で終了する。

(b) Pb 溶浸焼結 Fe 圧延材

上に述べた結果より、焼結 Fe を圧延しただけでは内部摩擦を高めることはできるが、加熱することによって内部摩擦を著しく低下させてしまうことが明らかとなっ

Fig. 8 Relation between the internal friction change and the holding time at various annealing temperature for the rolled iron compacts, sintered at 1423 K for 7.2 ks (Q_R^{-1} and Q_A^{-1} are the internal frictions of the specimens before and after the annealing, respectively).

Fig. 9 Relation between the internal friction and the annealing time at 473 K for the Pb infiltrated and rolled iron sintered compacts.

た。そこで、つぎに焼結 Fe に Pb を溶浸させたのち、圧延加工を施した場合における内部摩擦におよぼす焼鈍の影響についても調べた。Fig. 9 は Pb 溶浸を一定の約 27 vol% として、圧延率を 10, 20 および 40% の 3 種類とした場合における内部摩擦と焼鈍時間との関係を示してある。ただし、 $\epsilon_{\max} = 2 \times 10^{-6}$ における内部摩擦を採用した。また焼鈍温度は 473 K の一定であり、図中、比較のために溶解 Fe および多孔率 30.0% の焼結 Fe を圧延率 20% で加工した場合の結果も同時に示してある。

焼鈍前、すなわち圧延のみの試料では内部摩擦は、溶解 Fe、焼結 Fe、Pb 溶浸焼結 Fe の順に高くなり、同じ Pb 溶浸焼結 Fe でも圧延率の高いものほど内部摩擦は増加する。ここで溶解 Fe と焼結 Fe の内部摩擦において焼鈍時間との関係を見ると、溶解 Fe の場合は 473 K での内部摩擦の降下は微々たるものである。一方、焼結 Fe の焼鈍初期では $Q^{-1} = 1.1 \times 10^{-3}$ と比較的に高いが、焼鈍時間の延長につれて内部摩擦は大きく降下し、最後には溶解 Fe の内部摩擦とほとんど同一の値に到達する。このように焼結 Fe の加工による内部摩擦の上昇はすでに述べたように、空隙が扁平になり、みかけ上よりも局部的強加工を受け、切欠き部での応力集中と自由転位の導入によってあらわれたものと思われる。したがってこの場合、歪み取り焼鈍が十分進んだと思われる段階では内部摩擦も減少し、溶解 Fe の場合の焼鈍が十分に進んだ状態にたどり着いたものと思われる。一方、Pb 溶浸焼結 Fe では Pb 溶浸率が同一でも加工の程度によって内部摩擦は大きく増加する。加工後、すなわち 473 K での焼鈍が十分でない間は圧延率の高いものほど内部摩擦は高く、この場合には、主に Fe-Pb 界面での摩擦によるエネルギー吸収、圧延による扁平組織とその

切欠き部での応力集中による Pb 側（および Fe 側）での局部的な塑性変形、そして焼結 Fe の場合と同様、Fe 骨格体部での加工による自由転位密度の上昇などが内部摩擦の上昇に寄与しているものと思われる¹⁵⁻¹⁷。なおこの場合、加工の自由転位導入による内部摩擦の場合は、先に述べた焼結 Fe の場合と同様、その後の焼鈍によって時間とともに減少するが、Fe-Pb 界面での摩擦によるエネルギー吸収と Pb 内部での塑性変形によるエネルギー吸収などは焼鈍によっても影響を受けず、長時間の焼鈍によってもなお高い内部摩擦が保持されることになる。

IV 結 言

複合型鉄—鉛系焼結防振合金の吸振特性を評価するために、焼結鉄ならびに鉛溶浸焼結鉄の内部摩擦を測定するとともに、その後の圧延加工および熱処理の影響について検討した。得られた結果を要約すると以下のようになる。

- (1) 焼結鉄の内部摩擦は空隙率の増加とともに上昇し、空隙率約 26% 以上でほとんど一定となる。ただし、焼結鉄の空隙率の調整だけでは防振材料としての高い内部摩擦を期待することはできない。焼結鉄を圧延加工することにより、内部摩擦を高めることは可能であるが、熱に対して不安定であり、歪み取り焼鈍によって内部摩擦は激減する。
- (2) 鉛溶浸焼結鉄は圧延加工によってその内部摩擦を著しく増加させることが可能であり、歪み取り焼鈍によっても内部摩擦の低下はわずかであり、焼鈍が十分進んだ試料でも高い内部摩擦を保持する。この場合には鉄—鉛界面での摩擦による振動エネルギーの吸収ならびに鉛内部での塑性変形が主たる減衰機構であると考えられる。

文 献

- 1) R. J. Goodwin: "Symposium sur la Mét. des Poudres", Paris, Juin (1964), 339.
- 2) I. V. Zolotukhin, L. I. Trusov, YU.YE. Kalinin and G. A. Yakovlev: Phys. Met. Metall., **46** (1978), 174.
- 3) 横田, 高瀬, 庄司: 発表予定
- 4) W. Köster: Z. Metallk., **32** (1940), 282.
- 5) 吉川, 串田: 粉体および粉末冶金, **25** (1978), 7.
- 6) 吉川, 串田: 粉体および粉末冶金, **25** (1978), 127.
- 7) 西田: 応力集中, 森北出版, (1973), 492.
- 8) K. Suzuki, T. Fujita and M. Hasebe: Powder Met., **20** (1977), 205.
- 9) 三浦, 伊藤, 徳永: 粉体および粉末冶金, **29** (1982), 18.
- 10) Miura and Tokunaga: Powder Met. Int., **15** (1983), 183.
- 11) 杉本, 茨木: 日本金属学会誌, **25** (1961), 602.
- 12) W. J. Britina, Ed., by W. P. Mason: Physical Acoustics, Academic Press, New York (1966), 223.
- 13) A. Granato and K. Lücke: J. Appl. Phys., **27** (1956), 583, 789.

14) 杉本：日本金属学会会報, **14** (1975), 491.

15) R. D. Adams and M. A. Fox: J. Iron and Steel Inst., **211** (1973), 37.

16) 松井, 松野, 本津, 高橋, 菅野：日本金属学会誌, **40** (1976), 1062.

17) 福村, 伊吹：金属材料, **15** (1975), 31.

会 告

第25回 X線分析討論会

共 催：日本分析化学会・同中部支部・同X線分析研究懇談会・日本化学会・ESCA 研究会

協 賛：粉体粉末冶金協会他

日 時：昭和62年9月28日(月)～30日(水)

会 場：ファインセラミックスセンター

名古屋熱田区六野2丁目

※日時・会場とも予定ですので、御了承ください。

主 題：(1)ファインセラミックスとX線・X線光電子分析,

(2)X線による極表面・薄膜の分析,

(3)X線分析における新しい周辺技術,

(4)その他

申込締切：昭和62年5月9日(土)必着

B5判大の用紙に、①申込者氏名、②連絡先(〒、電話番号、住所)、③演題、④発表者氏名(講演者に○印、ローマ字併記)、⑤所属、①原稿用紙の選択(A4判ワープロ用原稿用紙、B4判手書き用原稿用紙の2種類を用意しましたので御希望の原稿用紙をお送りしますので、必ず指定してください)、⑦討論主題番号(1)～(4)のいずれかを記入し、プログラム編成の都合上、100字程度の講演概要を必ず記入してください。講演時間は討論5分を含めて1件20分の予定です。なお、連絡先は自宅か勤務先かが分かるようにしてください。又、発表者氏名及び演題は特にはっきり記入し、演題は確定したものを記入してください。講演申込日を過ぎて到着した場合は、受理できませんので注意してください。なお、プログラム編成などについては、実行委員会に一任願います。

要旨締切：昭和62年6月27日(土)必着

講演申込者に、所定の原稿用紙(A4判ワープロ用又は、B4判手書き用)をお送りしますから、必ず期日までに提出してください。期日を過ぎますと要旨集に掲載できないこともありますので御注意ください。

申 込 先：〒141 品川区西五反田一丁目2番2号

五反田サンハイツ304号

日本分析化学会気付

第25回X線分析討論会実行委員会

TEL03(490)3351(代)

第25回 粉体に関する討論会

日 時：昭和62年9月24日(木)～9月26日(土)

場 所：北海道大学学術交流会館

札幌市北区北8条西5丁目 TEL011(758)5426

主 題：(1) 超微粒子の科学と工学

(2) 粉粒体の生成と物性

(3) 粉粒体プロセス

(4) 粉粒体一般

なお、今回は講演時間20分、討論10分の予定であります。このため、ポスター形式による発表約20件を見込んでおります。講演申込に発表形式の御希望をお書きください。ただし、プログラム編成の都合上変更させていただくこともあります。

申込締切：昭和62年6月1日(月)

申込方法：B5版大の用紙に「第25回粉体に関する討論会申込書」と明記し、①申込者名、②所属学会、③勤務先(住所、電話番号)、④連絡先(住所、電話番号)⑤演題(討論主題番号明記)、⑥ポスター／口頭発表の希望、⑦発表者氏名(講演者に○印)⑧200字程度の要旨を記入し、下記にお送り下さい。なお、採択された講演については、所定の原稿用紙および執筆要領をお送りします。

原稿締切：昭和62年8月3日(月)必着。

申 込 先：〒050 室蘭市水元町27-1

室蘭工業大学化学工学科

「第25回粉体に関する討論会」 渡辺治夫 宛

TEL0143(44)4181 内線319