研 究

機械部品材料としての鉄-銅焼結体*

渡辺 悦尚**・藤井 康次**・林 悦雄**

Watanabe, Fujii and Hayashi: Sintered Iron-Copper Alloys for Machine Parts. Our studies on the sintered iron-base alloys for machine parts are still going on. This is a report covering the properties of iron-copper sintered alloys and a discussion on several problems as follows:

- 1) Effects of the iron powder distribution on dimensional changes of sintered compacts.
- 2) Effects of the copper content on the properties of the sintered compacts.
- 3) On the properties of sintered compacts made by a repressing method.
- 4) On the properties of sintered compacts using electrolytic or reduced iron powders
- 5) On the precipitation-hardening of sintered compacts.
- 6) On the gas-carburization of sintered compacts. (Received July 23, 1958)

1. ま え が き

鉄-銅焼結体は焼結鉄に比べて高強度が得られるために欧米では今次大戦頃からすでに機械部品に応用され、またそれに並行してこの種の焼結体に関する研究もかなり多く行われている。わが国においては近年、焼結体の機械部品への需要が活潑になり、それに伴って鉄-銅焼結体の利用される機会が増してきたが、国産の原料粉末を使用したデータが未だ充分発表されず、しがつて銅添加の効果並びに信頼性については疑問の点が少なくない。そこでわれわれは国産の原料粉末を用いた鉄-銅焼結体の諸性質に関する系統的な検討を試みることにした。

報告においては、主として次の項目、1) 鉄粉末粒度分布が焼結体の寸法変化におよぼす影響、2) 銅粉末の添加量が焼結体の諸性質におよぼす影響、3) 再加圧法を採用したときの焼結体の諸性質の変化、4) 搗碎電解鉄粉末と還元鉄粉末との比較に関する一考察、5) 焼入れ、焼モドン処理による焼結体の諸性質の変化、6) 浸炭処理についての一考察、について述べる。

2. 鉄粉末粒度分布が焼結体の寸法変化におよぼす影響

鉄-銅焼結体の製造における困難な問題の一つは、それらが焼結過程中、銅の添加量によつてさまざまな

寸法変化をすることである。すなわち鉄-銅焼結体の寸法変化は一般に膨脹の傾向をとり、その傾向は銅7～9%付近が最も大きいといわれているが、この現象は焼結体の後処理あるいは仕上加工においてきわめて不都合を伴うことはいうまでもない。Gumeson, Forss²⁾らは鉄-銅焼結体の複雑な寸法変化は主として焼結体の densification に伴う収縮と、鉄-銅合金の生成による膨脹とが組合さつたために生ずることを実証するとともに寸法変化のコントロールの対策として「収縮を助長する条件、たとえば、1) 比表面積の大きい鉄粉末を使用する...2) 鉄銅焼結体の収縮のみが行われる温度(銅の溶融点付近あるいはそれ以下)で予備焼結する。3) 添加物として Fe_3P あるいは WC_2 を加える」等述べているが、実用上必要な具体的数値に関してはほとんど表示していない。そこでわれわれはまず1)の方法から指針を得て、鉄粉末粒度分布による寸法変化のコントロールを試みることにした。

2.1. 実験条件並びに試料

成形加圧力は一般に最も採用されている $5\text{t}/\text{cm}^2$ を選んだ。焼結条件としては一般に最高温度 $1100\sim 1200^\circ$ 、保持時間 60min. 前後が用いられるので、ここでは 1200° 、60min. 保持を選び加熱速度も約 $300^\circ/\text{hr.}$ に一定した。また焼結は水素気流中で行つた。

次に試料粉末として鉄粉末には搗碎電解粉末を使用した。一定粒度分布のものに測定した粉末の諸性質を

* 1958年5月本会創立大会に発表

** 名古屋工業技術試験所

Table 1. Properties of electrolytic iron powders

Powder distribution	Apparent density (g/cc)	Flow rate (sec/50g)	Tap density (g/cc)	Green density at 5t/cm ² (g/cc)	Particle shape	Hydrogen loss at 1050°, 60min (w%)
-100+150mesh 12.0%	3.14	37.5	4.15	5.75	Plate particle	0.94
-150+200 15.7						
-200+250 19.8						
-250+325 24.1						
-325 28.9						

Table 1 に示したが、本実験ではすべて焼ナマシ、還元等の処理はほどこさなかつた。次に銅粉末に関しては筆者らの一人が焼結複合体に関する研究³⁾においてすでに検討し、「圧粉体の組織がアミ目構造をとるときに焼結体の強さは最高となる。そのためには添加成分粉末はできるだけ細かく、形状は扁平状が望ましい」と報告している。したがってそれらの条件を満足するような粉末として -400mesh の搗砕銅粉末（スタンプ銅粉末）を選び使用することにした。また添加量は 0～20wt % の範囲で変化した。

試験片は断面積 1 cm²、高さ約 8 mm のタブレット型試験片を用いた。

2.2. 実験結果並びに考察

Fig. 1 に各単一粒度の鉄粉末が寸法変化におよぼす

Fig. 1 Effects of iron powder distribution on dimensional changes of sintered compacts. (Compacted with 5t/cm², sintered at 1200° for 60min.)

Table 2. Size distribution of iron powders for no dimensional change at several contents of copper. (results of calculation)

mesh Sample powder	Powder distribution (%)					Objective of calculation
	-100+150	-150+200	-200+250	-250+325	-325	
T	11.3	14.4	17.8	22.2	34.4	Dimentional change is 0% at Cu 8%
U	9.3	12.0	14.9	18.5	45.5	" " Cu 10%
V	10.5	13.7	16.8	21.1	37.9	" " Cu 12%
W	12.0	15.7	19.8	24.1	28.9	" " Cu 15%
X	13.0	16.9	20.8	26.0	23.4	" " Cu 20%

影響を示す。すなわち各粒度鉄粉末の銅添加に対する寸法変化曲線は銅の添加量の少ないときはすべて収縮側に存在するが銅の増加に伴って膨脹の傾向をもち、銅10%付近において最大となりさらに銅が増すと再び収縮し始める。このような曲線となる理由としては、鉄-銅焼結体の膨脹の原因となる γ 鉄への銅の固溶限が7.7～9.0%にあること、およびそれ以上では余剰の銅合金が焼結中に液相で存在し、焼結体の収縮を促進することによって考えられている²⁾。またそれぞれの曲線は鉄粉末の粒度分布が微細になるにつれて、収縮側にずれているが、これは粉末が微粒になるほど焼結が促進されるという焼結体一般の現象にもとづくものである。Fig. 1 の結果を総合すると、1) 各単一粒度の鉄粉末が示す寸法変化曲線のうち a, b, c および d は銅 5% 以上においては膨脹側に存在し、収縮側に存在する e と相対している。2) 各寸法変化曲線は大体相似形を示すことから、各曲線のずれは主として鉄粉末の粒度の相違という一因子によって支配されていると考えられ、これらのことから銅の添加量に対して鉄粉末粒度を適当な方式によって混合すれば、銅 5% 以上 20% 以下の範囲では寸法変化の少ない焼結体を得られ、しかもその混合方式は算術的なもので充分であることが想像される。

以上の考えを実証するために次に示すような鉄粉末粒度分布の決定式を作り、計算目標として各銅添加量 8, 10, 12, 15 および 20% で寸法変化 0% となるよう Fig. 1 の結果を代入して鉄粉末の粒度分布を計算してみた。その結果を Table 2 に示す。

Cu x % の鉄-銅焼結体の寸法化が 0 % となるための鉄粉末粒度分布の決定式：

$$A \cdot l + B \cdot m + C \cdot n + D \cdot o = E \cdot p$$

A : 銅 x wt % における a 曲線の示す膨脹率 (%)

B : " " b " "

C : " " c " "

D : " " d " "

E : " " e " 収縮率

l : -100+150mesh 鉄粉末の配合比 (%)

m : -150+200 "

n : -200+250 "

o : -250+325 "

p : -325 "

ただし計算を行う上に l:m:n:o は一般に用いられている鉄粉末の粒度分布を参考にして 1:1.3:1.6:2.0 と定めた。

次にこれら 5 種類の粒度分布をもつ鉄粉末 T, U, V, W および X を用いて、銅添加量に対する焼結体の寸法変化を測定した結果を Fig. 2 の最下端に t, u, v, w および x 曲線で示した。すなわち Table 2 の

Fig. 2 Effects of copper content and iron powder distribution on the properties of sintered compacts. (Compacted with 5t/cm², sintered at 1200° for 60min)

計算目標に対して銅添加量 5 % 以上 15 % 以下では上記の計算式によって寸法変化のコントロールは大体満足な結果を得るが、20 % 付近になると収縮側に移動する傾向がみられる。これは銅の添加量が多量になると焼結過程に余剰の液相銅合金がかなり存在し、焼結体の densification に対して複雑な影響をおよぼすためにこのような結果となつたのであろう。また各曲線を見ると u を除いてはそれぞれ計算による目標とは別に他の一箇所です法変化 0 % の点を通つており、しかも互に銅添加量 10 % 付近を中心にして相対していることは一種類の鉄粉末粒度分布で銅添加量が適当に離れたしかも寸法変化のない 2 種類の焼結体をうる可能性を示し注目される。

3. 銅粉末の添加量が焼結体の諸性質におよぼす影響

2. の実験によって鉄粉末の粒度分布を変化し鉄-銅焼結体の寸法変化をコントロールできることが確かめられたので次に焼結体の諸性質に対する銅添加量の影響について検討する。

3. 1. 実験条件並びに試料

実験条件並びに試料粉末は 2. で行つた実験と全く同様である。諸性質の測定について、見掛密度、気孔率およびカタサは同じくタブレット型試験片を用いたが、引張強さ並びに伸びの測定には幅 8 mm, 厚さ約 3 mm, 平行部の長さ 46 mm および標点距離 50 mm の板状引張試験片を用いた。

3. 2. 実験結果並びに考察

実験結果は Fig. 2 に示した。まず密度曲線はすべて銅の配合量 10 % 付近までは変化なくそれ以上では次第に上昇している。即ち鉄-銅の圧粉体密度は銅添加による圧縮性の向上と真密度の上昇によつて増加するはずであるが、銅 10 % 付近までは焼結の際におこる膨脹によつてその増加は打消されるために、焼結体の密度上昇は緩慢となる。しかるに銅 10 % 以上になると焼結体は収縮するから密度上昇が加算されてこのような結果を示すのであろう。また気孔率も寸法変化並びに密度変化の影響をうけてわずかではあるが、10 % 前後において最大を示している。機械的性質に関して、引張強さ、伸びおよびカタサが銅 10 % 付近以下の範囲において少量の銅配合により急激に変化し、それ以上の添加に対してはやや緩慢であることは、その間の密度および気孔率の変化があまりないことから考えて、主として合金化による効果と思われる。一方銅 10 % 以上における各値の上昇には、合金化に加えて密度の上昇と気孔率の低下とがかなり影響しているようである。

各性質について個々の曲線を観察すると、いずれも粒度分布が微細側になるほど、高密度、高強度となるが、それもきわめてわずかの差であつて、概観的には

ほとんど一つの曲線によつて代表することができる。すなわち本実験に使用した程度の鉄粉末粒度分布の範囲内では、焼結体の諸性質に対する影響はきわめて少ないのであつて、このことは鉄粉末粒度分布によつて寸法変化をコントロールする上に好都合な結果である。

また Fig. 2 において、寸法変化 0% の焼結体が表示諸性質を選び出し、これを Fig. 3 に示した。まず銅添加量に対する密度上昇は前述したように圧粉体の密度がそのまま焼結体に現われているためと考えられ、気孔率にもその影響が観察される。次に機械的性

Fig. 3 properties of sintered compacts with no dimensional change. (picked up from Fig. 2)

質をみると、引張強さ、伸び並びにカタサはいずれも銅 7~10% を境としてその前後の値にはかなりの差があり、銅 10% 以上に現われる諸性質の向上は、密度上昇および気孔率の低下の影響のみとは考えられない。

Photo. 1 に焼結体の顕微鏡組織を示したが、a の銅 2% の場合、すなわち γ 鉄に対する銅の固溶限以下では、一応銅はほとんど鉄と合金するから顕微鏡的には一様の鉄-銅合金の素地を示すが、また鉄粉末の原形らしきものがみられるとともに、気孔もその大きさおよびその分布が複雑であり、したがつて強サに対して悪影響をもつことが考えられる。b におけるように固溶限以上の銅 15% になると、前述したような余剰の銅合金が焼結中に微細な気孔に流れ込み、それらを埋める一方、残つた気孔を球状化せしめるので、素地は鉄-銅合金と鉄を含有した銅合金とが共存するが、気孔は前者に比べて単純な組織となり、強サに対しても良い結果を示すことが想像される。

γ 鉄に対する銅の固溶限 (7.5~9.0%) 以上においては余剰の銅合金が焼結体の densification を促進し、機械的性質を向上することはすでに述べたが、一方においては、またこのように焼結体の内部組織、とくに気孔組織を改善して一層性質を良好ならしめているものと考えられる。

4. 再加圧法を採用したときの焼結体の諸性質の変化

1. および 2. で採用した単一加圧法は一般に成形加圧および焼結をおもな工程として製品を作るが、この方法では粉体の性質から焼結体内の気孔をある程度つぶすことは困難であり、したがつて高密度部品の製造は容易でない。一方再加圧法は成形加圧、予備焼結、再加圧並びに焼結をおもな工程として製品を作る方法

Photo. 1 Structure of Sintered Fe-Cu alloys made by single-pressing method, using electrolytic iron powders. $\times 90$
(Compacted with $5t/cm^2$, sintered at 1200° for 60min)

であり、加圧と焼結とを繰返すために焼結体の気孔はきわめて少なくなり、高密度部品の製造によく用いられている。

本実験では鉄-銅焼結体について再加圧法の効果を検討したもので、主として再加圧力を変化し、各の焼結体の諸性質、すなわち寸法変化、密度、気孔率、引張強さ、伸び並びにカタサについて測定した結果について報告する。

4.1. 実験条件並びに試料

成形加圧力は前実験と同様に $5t/cm^2$ とした。次に予備焼結温度は 1000° と定め⁴⁾⁵⁾、保持時間は 30min、加熱速度は約 $300^\circ/hr$ とした。再加圧力は $5t/cm^2$ および $9t/cm^2$ を選び、焼結条件は $1200^\circ \cdot 60min$ 、加熱速度は約 $300^\circ/hr$ とした。

試料について、鉄粉末は Table 1 に示すような電解搗碎鉄粉末を用いたが、この粉末の粒度分布は 1. および 2. の実験に使用したもののうち、記号 W に相当する。また銅粉末も前実験と同様 -400mesh の搗碎粉末を使用した。

試験片の種類および寸法も前実験と全く同様である。

4.2. 実験結果並びに考察

Fig. 4 に再加圧力 $5t/cm^2$ 及び $9t/cm^2$ の再加圧材、並びに比較のため単一加圧材の銅添加量に対する諸性質の変化を示す。すなわち各再加圧材の寸法変化曲線は単一加圧材に類似した変動範囲をもっているが、再加圧力の増加によって、やや膨脹側にずれ、特にその傾向は 10% 以上において明確である。このずれの現象は、再加圧によって気孔が著しく少なくなっているために、焼結しても密度の上昇が行われにくいことと、銅 10% 以上ではさらに、densification を促進していた余剰の銅合金の挙動が、気孔の減少によって制限されてくることなどがおこな原因と考えられる。密度曲線には再加圧力の効果が大きく現われて、再加圧力の増加にしたがって高密度側に移動している。しかしこれらの再加圧材は単一加圧材に比べて銅添加の効果が次第に少なくなっているが、これは寸法変化で考察したと同様な理由にもとづくものであろう。また気孔率にも同様な変化がみとめられる。次に機械的性質において、各引張強さの曲線は再加圧力が高いほど高强度側に移動しているが、銅の添加量の増加に対しては単一加圧材にみられるような上昇傾向は次第になくなってきている。現在報告されている鉄の機械的性質におよぼす銅の影響に関する研究の結果を総合すると、鉄-銅合金の強さは α 鉄に対する銅の固溶限 (1.4 あるいは 3.5%) 付近までは急上昇し、それ以上も徐々に上昇するが、 γ 鉄に対する銅の固溶限 (7.5~9.0%) 付近

D-9; Compacted with $5t/cm^2$, Pre-sintered at 1000° for 30min, re-pressed with $9t/cm^2$, sintered at 1200° for 60min.
 D-5; Compacted with $5t/cm^2$, pre-sintered at 1000° for 30min, re-pressed with $5t/cm^2$, sintered at 1200° for 60min.
 S-5; Compacted with $5t/cm^2$, sintered at 1200° for 60min.

Fig. 4 Properties of sintered compacts made by a re-pressing method.

を最高として、余剰銅合金の結晶粒界への出現とともにわずかに低下する傾向をもつようである。鉄-銅焼結体においては、単一加圧材の場合は気孔が多いために、その強さは合金地ばかりでなく、気孔組織にもきわめて影響があることは 2. の実験結果で述べたが、再加圧材のように気孔が減少してくると、強さにおよぼす気孔の影響は当然減少し、上記の鉄-銅合金の性質に次第に似てくるためにこのような傾向を示すのであろう。伸びも再加圧の増加によって次第に高い値を示すが、焼結鉄 (銅 0%) における再加圧材の伸びの増加が大きいため、銅添加による伸びの低下率はかえって増す傾向となる。またカタサにおいても引張強

サの場合と同様に再加圧力の増加に伴つて、銅添加の影響が次第に少なくなる傾向をみることができる。

Photo. 2 は銅 15% 添加の再加圧材の組織を示すが、再加圧材は Photo. 1-b の単一加圧材に比べて気孔がきわめて細かく、しかも少ないことが観察され再加圧による効果を明確に示している。

Cu 15%

Density $\approx 7.6 \text{ g/cc}$

Photo. 2 Structure of sintered Fe-Cu alloys made by re-pressing method, using electrolytic iron powders. $\times 90$ (Compacted with 5 t/cm^2 , pre-sintered at 1000° for 30min, re-pressed with 9 t/cm^2 sintered at 1200° for 60min)

5. 電解搗砕鉄粉末と還元鉄粉末との比較に関する一考察

鉄粉末はその製造履歴から、電解、電解搗砕、還元あるいは溶射粉末等多くの種類があり、各特徴をもつていてその性質は複雑であるから、焼結体の原料としての決定はむづかしい問題である。

本実験においては、国産電解搗砕鉄粉末と近年わが国で広範囲に使用されているスウェーデン産還元鉄粉末とを比較検討し、参考に供することにした。

5.1. 実験条件並びに試料

単一加圧法の条件は、成形加圧力を 5 t/cm^2 とし、焼結は 1200° , 60min 保持、加熱速度は約 $300^\circ/\text{hr}$ とした。再加圧法の条件は、成形加圧力を 5 t/cm^2 と

し、予備焼結は 1000° , 30min 保持、加熱速度約 $300^\circ/\text{hr}$, 再加圧力は 9 t/cm^2 , また焼結は 1200° , 60min 保持、加熱速度は約 $300^\circ/\text{hr}$ とした。

比較実験に用いた鉄粉末を Table 3 に示す。粒度分布は両者粉末ともに同一とし、また銅粉末も -400 mesh の搗砕粉末を使用した。

5.2. 実験結果並びに考察

Fig. 5 および Fig. 6 に両者粉末を使用した鉄-銅

Fig. 5 Properties of sintered compacts made by a single-pressing method using electrolytic or reduced iron powders. (Compacted with 5 t/cm^2 , sintered at 1200° for 60min)

Table 3 Properties of iron powders used

Kinds of iron powder	Powder distribution	Apparent density (g/cc)	Flow rate (sec/50g)	Tap density (g/cc)	Green density at 5 t/cm^2 (g/cc)	Particle shape	Hydrogen loss at 1050° , 60min (w%)
Electrolytic powder, crushed	-100+150mesh	12.0					
	-150+200	15.7					
	-200+250	19.8					
	-250+325	24.1					
	-325	28.9					
Reduced powder	"	2.39	41.2	3.18	6.31	Granular particle	0.55

Fig. 6 Properties of sintered compacts made by a re-pressing method using electrolytic or reduced iron powders. (Compacted with $5t/cm^2$, pre-sintered at 1000° for 30min, re-pressed with $9t/cm^2$, sintered at 1200° for 60min)

単一加圧材並びに再加圧材の銅添加に対する諸性質を示す。

当実験に使用した電解搗碎粉末は、その製造履歴からみても個々の粉末は緻密であるが、形状は板状、表面は平滑であつて、しかも搗碎による加工ヒズミはかなり大きい、他方還元粉末はスポンジ鉄から作られたものであるから、個々の粉末自体は多孔質で表面もアラク、形状は粒状を示し、また加工ヒズミもきわめて少ない。これらの特徴は Table 3 に示した両者粉末の諸性質によく現われている。すなわち Fig. 5 の単一加圧材について、還元粉末の方が銅添加量10%付近以下ではすべての性質において良好な値を示しているが、これは上述したような粉末の性質から、還元粉末の方が、圧粉並びに焼結の際にくつきやすいと考えられる。しかし銅15%以上になると、特に還元粉末が示す引張強さおよび伸びの上昇が電解搗碎粉末に比べて少なくなっているのは、個々の還元粉末自体に存在する気孔がきわめて細かく、外界に対して独立する傾向が強いのので焼結中に電解搗碎粉末の場合（2. 参照）のように余剰の銅合金によつて孔の組織が充分改善されないためであらう。Photo. 3-a は還元粉末を用いた焼結体の組織であるが、同条件で処理した電解搗碎粉末の場合（Photo. 1-b）に比べて明らかに気孔の大きさおよび分布が不規則であり、しかも形状も充分改善されていないことを示している。

次に Fig. 6 の再加圧材について、両者の粉末が示す銅添加に対する諸性質の変化は、単一加圧材に比べてそれぞれよく似た傾向は示すが、その位置は逆転して還元粉末の方がすべて低値側に現われている。再加

a Cu 15%

Made by single-pressing method.
(Compacted with $5t/cm^2$, sintered at 1200° for 60min.)

Density $\approx 6.7g/cc$

b Cu 15%

Made by re-pressing method
(Compacted with $5t/cm^2$, pre-sintered at 1000° for 30min, re-pressed with $9t/cm^2$, sintered at 1200° for 60min)

Density $\approx 7.3g/cc$

Photo. 3 Structure of sintered Fe-Cu alloys using reduced iron powders. $\times 90$

圧により粒界に存在している空ゲキは著しく縮小することはすでに焼結鉄の研究についての報告⁷⁾で述べたが、還元粉末は個々の粉末自体に気孔が存在するために、その焼結体には粒界以外にもきわめて細かい、しかも多数の気孔がある。したがって再加圧によつて空ゲキが減少しにくい上に、焼結においても当実験の条件下では気孔を消滅させることは困難である。一方電解搗砕粉末は個々の粉末自体が緻密であり、したがって空ゲキはほとんど粒界に存在し、再加圧、焼結によつてすみやかに消失するためにこのような差が現われたものとする。Photo. 3-b は還元粉末を用いた再加圧材の組織を示すが、同条件で処理した電解搗砕粉末の場合 (Photo. 2) と比べて細かい気孔がきわめて多いことを示している。

また再加圧材の機械的性質において、特に両者の粉末が示す引張強サの変化が単一加圧材のそれらと比べて、銅15%以上において一致する傾向がみられないのは気孔率の著しい減少によるものであろう。

6. 焼入れ、焼モシ処理による焼結体の諸性質の変化

鉄-銅系において、鉄および銅の各相手の金属元素に対する溶解度は温度降下に伴って急激に低下し、それぞれ焼入れ、焼モシ処理の可能性を示している、

そこでわれわれは銅添加量の異つた各鉄-銅焼結体

の諸性質はすなわち寸法変化、密度、気孔率、カタサ、引張強サ、並びに伸びにおよぼす熱処理の影響について一連の実験を試みた。

6. 1. 試料

試料粉末も Table 4 に示したが、電解搗砕鉄粉末並びに搗砕銅粉末は前実験に用いたものと全く同様である。配合の成分組成を4種類にしたのは、試料 CuO は鉄のみであつて他の試料との比較のため、Cu 2 は銅2%を含有し α 鉄に対して銅の固溶限付近の組成をもつものの代表、Cu 7 は銅7%を含有し、 γ 鉄に対して銅の固溶限付近の代表、また Cu 15 は銅を15%含有し、鉄-銅合金の他に余剰の銅合金 ϵ が残留するものの代表とした。

上記の混合粉末を用いた焼結体試料は、気孔率の相違による熱処理の効果を検討するために、一般に利用価値の大きい気孔率20%前後のものと、高密度材料としてしばしば用いられる気孔率5%前後のものとの2種類を、それぞれ前者には単一加圧法を、後者には再加圧法を採用することによつて作成した。単一加圧法の条件は成形加圧力 5t/cm²、焼結 1200°・60min 保持、加熱速度約 300°/hr であり、再加圧法の条件は成形加圧力 5t/cm²、予備焼結 1000°・30min 保持、加熱速度約 300°/hr、再加圧力 9t/cm²、焼結 1200°・60min 保持、加熱速度約 300°/hr であつた。Table. 5

Table 4 Composition of specimens and powder size used

Specimens	Composition (wt%)		Distribution	
	Fe	Cu	Fe powder	Cu powder
Cu 0	100	0	Electrolytic powder, crushed -100+150 mesh 12.0 % -150+200 15.7 -200+250 19.8 -250+325 24.1 -325 28.9	—
Cu 2	98	2		Crushed powder -400mesh 100%
Cu 7	93	7		
Cu 15	85	15		
				"

Table 5 Properties of sintered compacts.

Process	Specimens	Apparent density (g/cc)	Porosity (%)	Tensile Strngth (kg/mm ²)	Elongation (%)	Hardness	
						RH	BHN
Single pressing	Cu 0-S	6.10	22	6.1	2.0	35	45
	Cu 2-S	6.13	22	15.5	1.2	76	56
	Cu 7-S	6.08	23	18.0	1.5	75	59
	Cu 15-S	6.30	21	22.5	3.3	82	62
Repressing	Cu 0-D	7.48	4	26.0	28.1	92	72
	Cu 2-D	7.41	5	32.5	11.0	102	76
	Cu 7-D	7.40	6	34.0	6.1	103	90
	Cu 15-D	7.69	4	35.0	6.0	104	95

にこれら各焼結体の諸性質を示した。

6.2. 熱処理条件

鉄-銅焼結体の素地はその大部分が鉄側の鉄-銅合金であるから、熱処理条件は主として鉄側に対する効果から決定しても良い。一般に鉄側の鉄-銅合金は γ 鉄の存在する温度以上すなわち 850° 以上から焼入レを行うと、それ以下の温度から焼入レした場合に比べてはるかに高いカタサが得られるので⁶⁾、焼入レ温度は 870° とし30min 保持の後に油冷することにした。加熱、冷却の操作は酸化防止のため中性あるいは還元性気流中で行う必要があるが、本実験では操作中の安全も考慮してアルゴンを用いた。次に焼モドシ条件であるが、焼モドシ温度は、鉄-銅合金において適当とされている 500° を採用⁶⁾し、保持時間を0.5~16hrの範囲で変化して検討した。焼モドシ操作は水素気流中で行った。

6.3. 実験結果並びに考察

6.3.1. 寸法変化、密度および気孔率。単一加圧材の寸法変化は全試料ともに焼入レ、焼モドシを通じて直径方向において収縮側に約0.2%、膨脹側に約0.1%の範囲内にあり、再加圧材でも同様に収縮側に約0.1%、膨脹側に約0.1%の範囲を示した。この寸

Fig. 7 Effects of heat-treatment on hardness of the sintered compacts made by a single-pressing method. (Oil-quenched from 870° and reheated at 500°)

Fig. 8 Effects of heat-treatment on hardness of the sintered compacts made by a re-pressing method (Oil-quenched from 870° and reheated at 500°)

法変化は主として焼入レおよび焼モドシによるヒズミの影響と思われるが、その数値は焼結操作の際に生ずる $\pm 1.0\%$ 内外の変化に比べてきわめて少なく、実際問題としてはあまり考慮する必要はないと考える。密度および気孔率に対しても、熱処理による影響はみとめられなかつた。

6.3.2. カタサ、引張強サ並びに伸び

単一加圧材および再加圧材のカタサ、引張強サ並びに伸びに対する熱処理の効果についてFig. 7, 8, 9 およ

Fig. 9 Effects of heat-treatment on tensile strength and elongation of sintered compacts made by a single-pressing method. (Oil-quenched from 870° and reheated at 500°)

Fig. 10 Effects of heat-treatment on tensile strength and elongation of sintered compacts made by a re-pressing method. (Oil-quenched from 870° and reheated at 500°)

び10に示す。すなわち各の単一加圧材および再加圧材は焼入レ後に約1hr焼モドシすることによつて、それぞれ最高強度となることを示している。しかし再加圧材が示す各の機械的性質の変化を総括的にみると、単一加圧材では気孔率が比較的大きいために、気孔組織の影響が強く、したがつて素地の性質変化を主体とする熱処理の効果は、気孔のきわめて少ない再加圧材に比較して、緩慢な変化を示すとともに、その値もはるかに低く現われている。次に銅添加量の異つた各の加圧材に対する熱処理の効果については、まず気孔の影響が少ない再加圧材から検討すると、焼入レによるカタサ、引張強サの上昇並びに伸びの低下度は銅の添加量7および15%の場合が特に大きい。鉄-銅合金の焼入レ硬化の現象は γ 固溶体として溶けていた過剰銅分が α 鉄中に過飽和に溶けることによつて生ずるものであるから⁸⁾、銅添加量2%の加圧材に比べて γ 固溶体に溶け込んでいる銅分の多い7および15%の加圧材が一層硬化したためであろう。一方焼モドシにおいてはすでに銅添加量の2%の加圧材から硬化の傾向が強く現われているが、これは主として α 固溶体に対する銅の溶解度変化にもとづく硬化現象であると考ええる。単一加圧材についても以上述べたような傾向は見られるが、気孔によつて素地の硬化現象は著しく削減されている。

本実験において、銅添加量7%で気孔率4%の再加圧材を熱処理することにより、引張強サ約66kg/mm²を得たが、このことから鉄-銅焼結体が孔を完全につぶすことによつて出し得る最高の引張強サは70kg/mm²付近であることが推定される。

7. 浸炭処理についての一考察

鉄系の焼結体は機械部品として、いろいろ特質をもつが、用途によつては鋼材と同様に表面硬化処理をほとんどすることが要求される。

本実験においては、鉄系の焼結体のうち、鉄-銅焼結体について、ガス浸炭法による浸炭性および焼入レ性を検討するものである。

7. 1. 実験装置、試料および実験方法

7. 1. 1. 実験装置 ガス浸炭装置は既報「機械部品としての焼結体の研究⁷⁾」でくわしく紹介したものと全く同一であるから省略するが、浸炭用ガスは都市ガスを変成したものであつて、その成分はTable 6に示す。

Table 6 Chemical composition of converted gas.

CO ₂	O ₂	Cm Hm	CO	CH ₄	H ₂	N ₂
0	0	0.4	18.8	14.4	36.3	30.1

7. 1. 2. 試料 試料粉末としての電解搗碎鉄粉末の粒度分布はTable 7に示したが、銅粉末としては-400meshの搗碎粉末を使用、その配合量は3、8および15%を選んだ。

試験片は断面積1cm² タブレット型であり、成形加圧力は5t/cm²および9/cm²である、また焼結は1200°・1hr保持、加熱速度は約300°/hrで行つた。焼結体試料の諸性質はTable 8に示した。

Table 7 Particle size of electrolytic iron powder

mesh	-100 +150	-150 +200	-200 +250	-250 +325	-325
%	16.4	14.4	20.0	19.5	29.7

Table 8 Properties of sintered compacts

Cu (wt%)	Compacting pressure (t/cm ²)	Apparent density (g/cc)	Porosity (%)	Interconnected porosity (%)
0	5 9	6.7 7.3	16 8	13.9 3.6
3	5 9	6.7 7.2	16 8	14.6 5.3
8	5 9	6.5 7.0	19 13	17.1 9.9
15	5 9	6.8 7.1	16 11	10.2 4.1

7. 1. 3. 実験方法 Fe-Cu-C系の共析温度は702°であるから⁸⁾、浸炭温度としては750°および850°を選び、時間は30minとした。焼入レは各浸炭温度から行い、冷却は水焼入レとして5% NaOH水溶液を、油焼入レとしては約65°に暖めた鉱物油を用いた。

熱処理後は試料断面におけるマクロピッカースカタサ曲線を求め、これに対して検討を加えた。

7. 2. 実験結果並びに考察

7. 2. 1. 鉄-銅焼結体の浸炭性 750°および830°で30min浸炭したときの鉄-銅焼結体のカタサ曲線をFig. 11および12に示す。浸炭温度の影響は、750°の場合には830°の場合に比べて曲線の傾斜は急となり、浸炭深さも著るしく減少している。次に銅添加量の影響について、一般に鉄-銅焼結体は銅添加量の増加とともに膨脹して多孔性を増すが、その最大は銅約10%付近で、それ以上では却つて膨脹は少なくなる。すなわちFig. 11および12において、銅添加量が0、3および8%と増すにしたがつて浸炭量および浸炭深サが増大するのは膨脹に伴う多孔性の増加によつて、浸炭ガスが内部まで浸入したためであろう。また銅15%添加されたものでは、浸炭量および浸炭深サに相当の低下がみられるが、これは上述したように銅添加10%以上では焼結体の膨脹が少なくなつて多孔性が

Fig. 11 Effects of copper content on carburized case of sintered compacts. (Carburized at 750° for 30min, water-quenched from 750°)

Fig. 12 Effects of copper content on carburized case of sintered compacts. (Carburized at 830° for 30min, water-quenched from 830°)

低下することと、焼結体内の粒界に残留する銅側の Cu-Fe 合金が浸炭防止作用を行つてゐることによるものと考える。

7.2.2. 浸炭した鉄-銅焼結体の焼入れ性. 銅 3% を添加した鉄-銅焼結体を 750° および 800° で 30min 浸炭し、水焼入れおよび油焼入れして得られた硬化層のカタサ曲線の変化を Fig. 13 および 14 に示す。

W.Q.: water-quench, O.Q.: Oil-quench.

Fig. 13 Effects of quenching liquid on carburized case of sintered compacts. (Copper content: 3%, compacted with 5 t/cm^2)

W.Q.: water-quench, O.Q.: Oil-quench.

Fig. 14 Effects of quenching liquid on carburized case of the sintered compacts. (Copper content: 3%, compacted with 9 t/cm^2)

浸炭温度に関係なく、いずれも表面層のカタサは水焼キ入レではマイクロビッカースカタサ 900 以上、油焼入レでは 800~900 が得られているが、焼結鉄（銅添加量 0%）においては、油焼入レではほとんど硬化層が得られなかつたことからみて⁷⁾、鉄-銅焼結体が油焼入レで充分硬化層を得ることができるのは注目値する。すなわちこの理由としては、一般に鋼材の焼入レ性に対する添加金属としての銅はニッケルに似た効果を示し、焼入レ性を向上させるといわれている⁸⁾ ことによるものと考えられる。

さらに油焼入レによれば見掛けの硬化深さが水焼入レの場合に比べて非常に浅くなるという特性を示し、これにおいても鉄-銅焼結体の浸炭焼入レにおける油焼入レの有用性が考えられるのである。

8. む す び

以上鉄-銅焼結体の諸性質について、6 項目にわたって述べてきたが、このように銅の配合量に対してはもちろんのこと、鉄粉末の粒度およびその種類、ある

いは高密度化処理、熱処理等によってそれぞれ多岐にわたって焼結体の諸性質が微妙に変化し、焼結鉄に比べてその製造操作はややめんどものであるが、機械構造部品材料としては興味深い材質であることを述べて結論に代える。

付記 本報告中、ガス浸炭の実験にあたっては、大同製鋼株式会社研究所長錦織博士、藤原研究課長ならびに安田所員にいろいろお世話をいただいた。記して感謝の意を表する次第である。

文 献

- 1) たとえば E.C. Kelley: *Iron Age*, **158**, No 7 (1946) 57
- 2) P. U. Gumeson and L. Forss: *Precision Metal Molding*, **13**, No 10 (1955) 55
- 3) 松村・林: 名古屋工技誌報告, **4** (1955) 154
- 4) E. N. Mazza: *Precision Metal Molding*, **12**, No 7 (1954) 42
- 5) 渡辺・藤井・林: 名古屋工技誌報告, **6** (1955) 629
- 6) J. L. Gregg and B. N. Daniloff: "The Alloys of Iron and Copper" (1934) p 167
- 7) 林・渡辺・藤井: 本誌 **5** (1958) 26.
- 8) 浜住松二郎: "鉄鋼及び特殊鋼" (昭和19) p 275

抄 録

粉碎平衡の実験的基礎 [G. F. Füttig, *Z. Metallk.*, **48** (1957), 352~356]

ボールミルで粉碎を行う際一定の条件である程度長時間粉碎すれば粉碎平衡状態に達する。即ち初期粒度に関係なくある一定の粒度分布に到達する。

これを説明する為まず油-水エマルジョンを用いて一定の回転速度 (530u/min) で 2~60min までのものの粒度分布を測定している。それによると 4~30min まであまり変化はなく 30~60min はほとんど一致している。又時間を 1 時間とし回転速度を色々変えて実験を行っている。これによると回転速度が増加すれば粒子は小さくなり粒度分布の幅が短くなりしたがつて頻度が増加する。他方 Cu 粉を 60 μ よりも大きいものと小さいものとに篩別して回転速度を一定とし回転時間を色々変えて粒度分布をみて平衡状態を測定している。もう一つは同じ粒度分布を持ったガラス粉を作り一方には Co⁶⁰ を入れて一定粒度の Co⁶⁰ を含むガラス粉をもう一方のガラス粉と混ぜて粉碎後の粒度分布を測定している。

(田中 成)

焼結炭化物の強度 [J. Gurland; *J. Metals.*, **40** (1957), 512~513]

6 種の炭化物 (WC, TiC, TaC, CbC, VC, ZrC) と Co 系焼結体の抗折力値の比較。抗折力は超硬粒子間のミーンフリーパスによつて異なるからこれを一定にするためバインダー量を容量比で 10vol% 及 37vol% の二種に選んで測定した。37vol% の方が高い抗折力を示す。炭化物のヤング率は WC=102 $\times 10^6$, TaC=56.8 $\times 10^6$, TiC=45.8 $\times 10^6$, CbC=49.3 $\times 10^6$, VC=37.0 $\times 10^6$, ZrC=19.9 $\times 10^6$ となつているがこれ等の炭化物-Co 系の抗折力も大体ヤング率と直線的な関係を持ち WC-Co 系が最も高く、VC-Co 系が最も小さい。

(深津 保)

銅粉末のガス放出 [J. C. Tobin, M. J. Sinnott: *Trans. AIME.*, **2** (1958), 167~171]

製造法の異なる銅粉末を加熱し、放出される微量ガスを収集、分析した。ガス分析の結果主として H₂O, CO₂, さらに痕跡の SO₂ が存在し、ガス放出源は粉末表面に形成されている化合物であると考えられた。放出ガス量は粉末 1 gr 当り 0.05~1.0ml であるが、製造履歴、貯蔵期間によつて異なり、電解銅粉から放出されるガス量が最も大きい。CO₂ の分圧から求めた CO₂ 化合物の分解熱は粉末の製造法によつて異なり、表面化合物も粉末の製造履歴によつて異なることがわかった。

(藤井康次)