

アーカイブ7

Fe-Cu系軸受の焼結過程における空孔の生成機構について

渡辺 洸尚

粉体および粉末冶金 8 (1961) 63-72.

「Fe-Cu系軸受の焼結過程における空孔の生成機構について」に寄せて

住友電気工業株式会社

林 哲也

今回は、渡辺洸尚先生が工業技術院名古屋工業技術試験所（現産総研中部センター）にて研究されたFe-Cu系軸受の焼結現象について、1958年と1959年の大会にて発表された研究論文を紹介する。1958年は粉体粉末冶金協会設立の年であり、この時期はFe-Cu系焼結材料の市場開拓の黎明期になる。先生は1952年より「青銅系含油軸受の研究」、「機械部品としての鉄系焼結材の研究」などを発表され、本協会の第5代会長の若林章治先生と共著「粉末冶金」は大学での教科書として広く活用されてきた。「君が代」は、焼結現象を謳っていると講義されたことを記憶している。当協会の理事、幹事、副会長、顧問を歴任され、研究功績賞や功労賞の他、通産大臣賞や藍綬褒章などを受賞されている。早稲田大学の鋳物研究所（現材料技術研究所）の所長もされ、学生の教育や研究者の育成に力を注がれた。その後、この教えを受けた門下生の多くが関連企業の研究開発や経営に関わることになる。

本論文は、1961年に本誌に掲載された「Fe-Cu系軸受の焼結過程における空孔の生成機構について」である。現在も焼結部品の大半がFe-Cu系であるが、60年以上前にFe-Cu系の焼結現象を直接自らの目で観察して原理原則を踏まえてメカニズムを解明する研究には学ぶべきことが多くある。第一原理計算などによる研究がもてはやされる現在において、改めて現場で現物の現象を観察することが重要であることを示唆する優れた論文であり、焼結材料の技術者、研究者には、将に「温故知新」として是非とも一読していただきたい。

Fe-Cu 系含油軸受の焼結過程における 空孔の生成機構について*

渡 辺 尙 尚**

Teruhisa Watanabe: Mechanism of Pore-Formation during Sintering of Self Lubricating Fe-Cu Bearing. The results obtained were as follows:

1) At temperatures over the α Fe- γ Fe transformation point (910°C), the inherent pores in the compact grow slightly because of the partial shrinkage accompanying the phase change of iron powders.

2) Over the melting point of copper (1083°C), the copper powders melt and spread into the inherent pores, leaving the new pores, "copper-off pores", at the site of the copper powders by the same mechanism of pore-formation as the "tin-off pores" on Cu-Sn compact⁹⁾. The shapes of these new pores are similar to those of the copper powders and their sizes increase to slightly larger than those of the copper powders by corrosive action of molten copper to iron powders. At the same time the copper powders melt spread in the inherent pores also enlarges the latter by the corrosive action.

Finally, the inherent pores and the new pores grow still more as a results of expansion of the compact following the alloying of iron and copper, and the sintered Fe-Cu compact holds numbers of pore necessary for a better self-lubricating action.

3) When the samples are kept at the final temperature for a long time, all the pores formed begin to shrink as a result of densification of the sintered Fe-Cu compact.

(Received Jan. 21, 1961)

I ま え が き

Fe-Cu 系含油軸受はCuを3~25%含んだ鉄基焼結体であって、高強度を有すること、並びに鋼軸とほとんど変わらない熱膨脹係数をもつ等の利点から、従来のCu-Sn 系含油軸受が低荷重用に使用されるのに対し、比較的高荷重用として各国で1944年頃から1950年頃にかけて試作および検討^{1)~4)}が行なわれ、その後急速に発展した。とくに現在では原料粉がCu-Sn系に比べて安価であり、生産原価を下げるができるためにCu-Sn系に代る傾向さえ見られる。

含油軸受は粉末冶金法で作った多孔質体に容積比で15~30%の油を含ませ、使用に際して油の潤滑作用をみずから合理的に営むことにより、軸受としての性能を発揮させようとするものである。油の自給油作用を営むのはいうまでもなく多孔質体内の空孔であって、それは機能の立場から一般に次の二つに分類することができる。すなわち、(1)軸との接触部へ必要に応じて多量の油を補給することができる程度の含油能力を有する「油だめ孔」と、(2)「油だめ孔」を互に連絡し、しかも軸受外にある余剰の油を吸引しうる能力をもつ「毛細状孔」とに分けられ、両者が適当に組合わさ

て初めて含油孔としての性格が具備される。

したがって含油軸受の性能は含油孔の組織に密接な関係を有するのであって、製造においてはこれら含油孔となるべき焼結体内の空孔組織に対する制御がもっとも重要な技術ともいえる。

空孔組織の制御を行なうには、まず空孔の発生過程を知る必要がある。本報告は焼結過程における空孔の生成機構について行なった研究結果を述べるものである。

II 焼結過程における寸法変化、密度、含油孔の諸性質並びに顕微鏡組織の変化

2 試料および実験方法

使用した原料粉については、電解搗碎Fe粉と電解Cu粉とをTable 1のように配合した。電解搗碎Fe粉は搗碎による加工ひずみを除去するためにあらかじめ水素気流中にて600°C, 60minの焼なましを行った。配合成分はCuの添加量の影響を検討するために、Fe単体、Fe-5% Cu, Fe-13% Cu, およびFe-20% Cuの4種類とした。Fe粉の粒度分布は一般の焼結軸受

* 1958年11月本会大阪大会 および1959年10月本会仙台大会において発表

** 工業技術院 名古屋工業技術試験所

Table 1 Composition of Specimens and powder size used in the experiment of 2.

Specimens	Composition		Distribution			
	Fe (wt%)	Cu (wt%)	Electrolytic Fe powder, crushed		Electrolytic Cu powder	
			mesh	%	mesh	%
Cu 0	100	0	—	—	—	—
Cu 5	95	5	-150+200	20	-150+200	100
			-200+270	20	—	—
Cu 13	87	13	-270	60	-150+200	100
Cu 20	80	20	—	—	-150+200	100
			—	—	—	—

に適用されているものになって主として微粒側を採用した。Cu 粉の粒度分布は実験において Cu 粉の位置の観察を容易にするために、比較的粗粒としかつ単一粒度のものを用いた。以上の配合粉を充分混合した後、成形型に充填し、外径 12mm、内径 6mm、高さ約 8mm の軸受型試験片に加圧力 3t/cm² で圧縮成形し、水素気流中で焼結した。焼結の加熱条件として温度と時間との関係を Fig. 1 に示す。すなわち 10~15°C/min の加熱速度で 1150°C まで加熱し、2hr 保持した。また焼結過程を観察するために、Fig. 1 に示してある a, b, c, d, e, f, g, h の所で同種類の圧粉体をそれぞれ冷却して試料とした。試料に対してはまず寸法変化および密度を測定し、次に空孔の状態を調べるために、多孔率、有効多孔率および含油性（有効多孔率/多孔率）を測定し、またそれに平行して通気度を計った。通気度の測定には著者独自の装置を使用した。この詳細はすでに報告⁵⁾したので概略を述べると、一定圧一定量の空気を気密にした軸受型試料の両端面の一方から送入、軸受内部より多孔質壁を通じて外部に放出せしめ、その通過時間を測定するものであって、通気度は次式で算出される。

$$K = (Q \log e D/d) 2 \pi l p t$$

- K: 通気度 Q: 放出空気量(cc)
- D: 試料外径(cm) d: 試料内径(cm)
- L: 試料長さ(cm) p: 恒圧空気の圧力
- t: Q の放出に要した時間(sec) (cmAq)

最後に一部試料に対して顕微鏡による観察も行った。

2 実験結果およびその検討

Fig. 2, 3, 4 に各試料の諸性質と焼結過程との関係を示した。Fig. 2 において焼結過程の進行に伴って焼結体は 1000°C 付近までは Cu の配合量には無関係で収縮をおこし、その傾向は 600°C 付近から次第に強くなる。しかし 1000°C と 1150°C との間、すなわち Cu の溶融点を通過すると、Fe 単

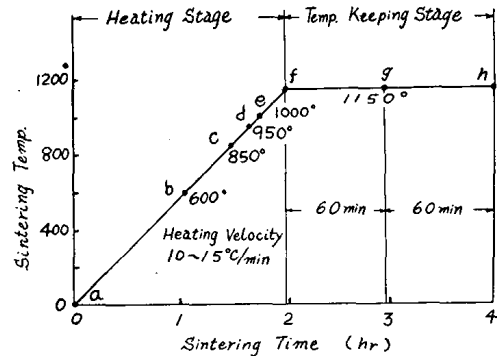


Fig. 1 Process of sintering.

体では上記の傾向をそのまま持続するのに対して、Fe-Cu 系は急激な膨脹をおこす。Fe-Cu 系焼結体のこのような膨脹についてはすでに Gumeson, Forss⁶⁾ らの研究において明らかにされているように、主として Cu の溶解にもとづく Fe-Cu 合金の生成、換言すれば γFe 内への Cu 原子の侵入によって、焼結体の骨格が膨脹するためである。また Cu の配合量によって膨脹の程度が異なるのは γFe への Cu の固溶限が約 8wt% 付近にあること、それ以上の配合量の場合には余剰の Cu 合金が焼結中に液相として存在し、焼結体の収縮を促進するためと考える。1150°C の保持過

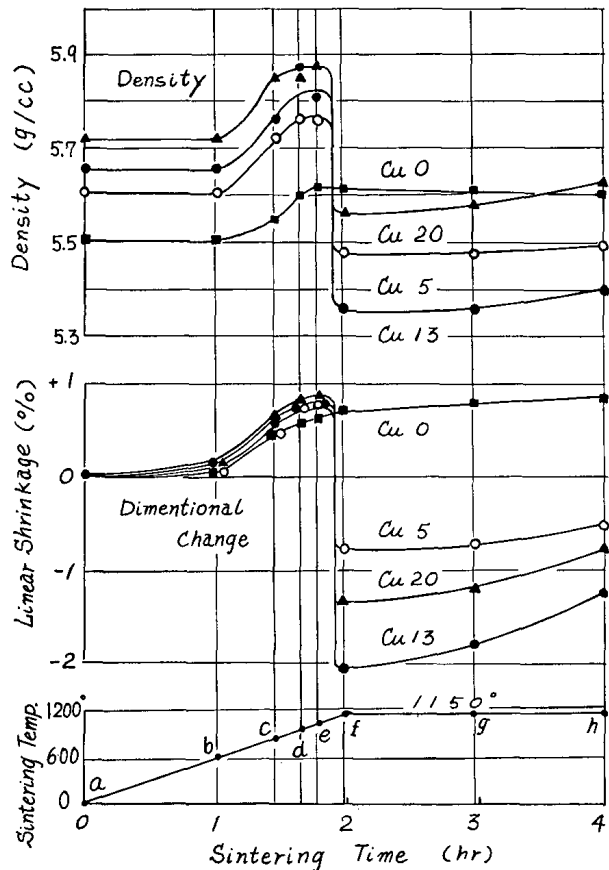


Fig. 2 Changes of length and density during sintering.

Fe-Cu系含油軸受の焼結過程における空孔の生成機構について

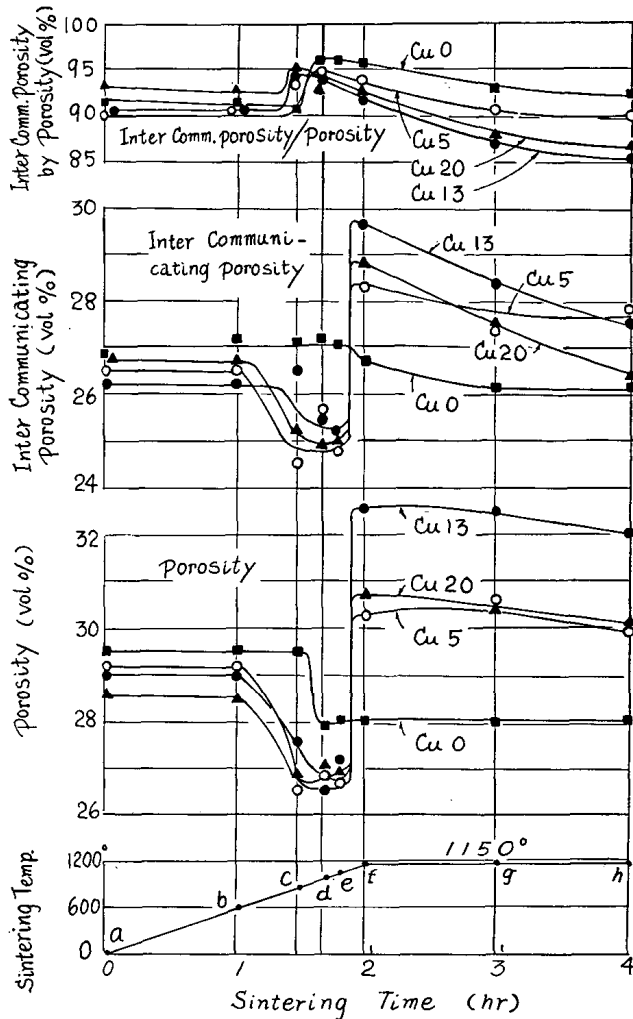


Fig. 3 Changes of porosity, inter communicating porosity and inter communicating porosity/porosity during sintering.

程にはいつてからは、各試料ともに再び収縮するが、Cuの配合量の増加に伴ってその傾向はやや強くなる。これも上述した余剰Cu合金の存在にもとづく結果であろう。

このような焼結中における収縮、膨脹の現象は焼結体の多孔性並びに空孔組織に対してきわめて重要な影響をおよぼすことは容易に想像される。まず Fig. 3において多孔性について検討してみると、多孔率は各試料ともに収縮、膨脹に伴ってほとんど同傾向で増減している。有効多孔率は数値において多孔率よりやや低いが、傾向はきわめて良く似ている。しかし含油性では850~1000°Cの間においてやや上昇し、外界と通じた空孔が多くなることを示すが、それ以上の温度および保持の過程ではかえって低下し、独立空孔が次第にできることを示している。すなわち焼結体の収縮、膨脹によって多孔率および有効多孔率は著しい影響を受け、しかも両者間の関係はきわめて深い、一方含

油性から考えると、空孔の形状、分布の発達および衰微は必ずしもこれらの増減に対応するものでなくて、別に因子によっても影響されていることが想像できる。

そこで空孔の組織に比較的關係の深い通気度によって考察を行なってみる。Fig. 4は通気度と焼結過程との関係であるが、各試料ともに850°C付近から約1000°Cに至るまでゆるやかに上昇する。次に1000°Cと1150°Cの間、すなわちCuの溶融点を通過するとFe単体の焼結体ではとくに変化はないが、Fe-Cu系焼結体ではそれぞれ急激に上昇し、またCuの配合量が大きいほど高い値を示す。

Fe-Cu系焼結体の通気度の向上は、二つの段階を考えることができる。まず一つはCuの溶融点以下における向上の段階である。一般に多孔性物質が収縮する場合は、空孔の量はもちろん大きさも一応減少するものと考えるのが妥当であるが、Jones⁷⁾の研究によると、Fe基の焼結体においては、A₃変態点(910°C)で α Feは γ Feとなり収縮をおこすが、この場合、焼結体の全部分に同時におこるのではなく、変態を受けて収縮した粉末はまだ変態をうけない他の粉末と分離する現象があることが明らかにされている。Cuがこの場合介入したとしても、900°C付近の温度では固体拡散によるFeとCuとの合金化はきわめて少ないと考えられるから、Fe粉の変態に対するCu粉の影響はほとんど受けることはないと思うが、もしFe-Cu合金が多少できたとしても、CuはFeの変態点を下

げるからむしろ上記の現象を促進するはずである。すなわちFe-Cu系の焼結体はすでに600°Cから収縮をおこしはじめて、多孔率並びに有効多孔率は低下する傾向があるにもかかわらず、通気度が向上することは以上述べたような機構によって粉体間のすきまが部分的に拡大したためであって、Fig. 3における含油性が同じ温度区間において上昇するのもこのためと考えられる。次に他の一つの段階はCuの溶融点通過の際における通気度の著しい向上段階である。この原因について今までの実験をたどってみると、まず焼結体の膨脹による多孔率の増大がある。しかしこの膨脹による気孔率の増大は数%の量であって、この因子のみによって通気度の上昇を考えるのは不充分のように思われる。Photo 1はFe-13% Cu焼結体の800°Cおよび1150°Cにおける空孔組織を同一箇所を観察したものであるが、これによるとFe粉体間に存在するCu粉は、高温に加熱されると溶融し、Fe粉体間に流出、

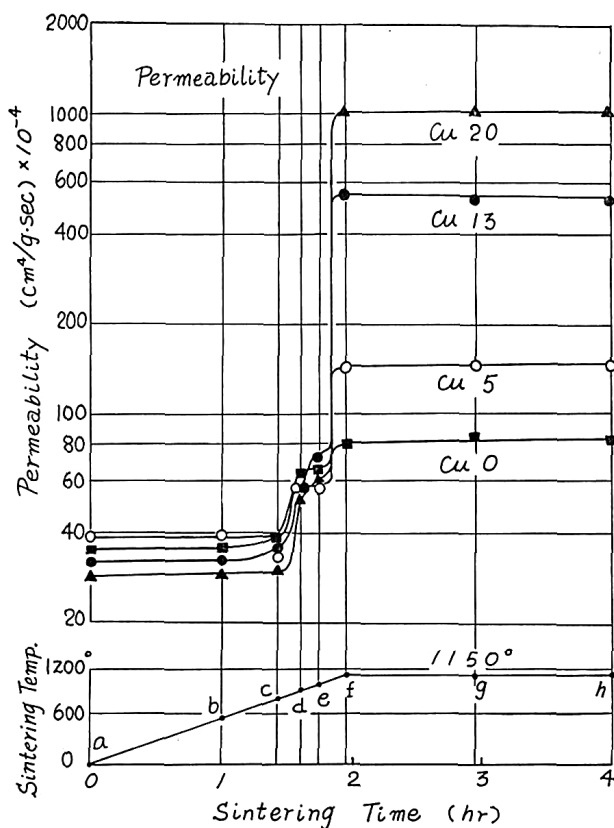


Fig. 4 Change of permeability during sintering.

拡散するとともに、一部の余剰 Cu 合金は粉体間のすきまに残留するが、一方、これらの現象によって Cu 粉の原形がそのまま粗大な空孔（以後この空孔をとくに Cu 粉の流出孔と呼ぶ）となっているのがみられる。Photo. 1-b を詳細に検討すると、比較的大きなすきまに残留する Cu 合金が比較的少量に見えるが、これは主として溶融 Cu 合金がこれらすきまを通過する際に内壁に付着した部分である。すなわち Photo. 1-a の観察面を 1150°C に加熱後さらに研磨したために、各すきまが浅くなり、内壁に付着した Cu 合金が全面的に観察されたためであって、実際に Cu 合金によ

て埋められた部分はもっと微細なすきまである。

またこのような空孔組織の変化は最近発表された Bockstiegel の Fe-Cu および Fe-Cu-C 系焼結体の容積変化に関する論文⁹⁾ においても認められたことを述べている。

Photo. 1 によって通気度向上の原因を深く追究することは、上述したようにすきま部分の状態がはっきりしていないために困難であるが、一応ここにおいて得た概略的な結果として、空孔の組織が Cu の溶融点直上における Cu 粉の流出孔発生によって著しく変化するという事は、通気度の向上に対して重要な関係があることが想像させるのである。そしてさらにこのような現象は著者がすでに Cu-Sn 系含油軸受に対して行なった焼結過程における空孔の生成機構に関する研究⁹⁾ において、配合した Sn 粉がその溶融点 (232°C) 上において Cu 粉体との間におこす Sn 粉の流出直孔発生現象と機構的にきわめて類似したものと考えられる。

III Cu 粉の流出孔発生現象に対する確認

1 試料および実験方法

本実験は II で述べた Cu 粉の流出孔を中心と

Table 2 Composition of specimens and powder size used in the experiment I of III

Specimens	Composition		Distribution			
	Fe wt%	Cu or Ag wt%	Electrolytic Fe Powder, crushed		Spherical Cu powder or Ag powder	
			mesh	%	Dia. of particle (mm)	%
Fe-Cu	95	5	-150+200	20	≈0.23	100
	80	20	-200+270	20		
Fe-Ag	95	5	-270	60	≈0.23	100
	80	20				

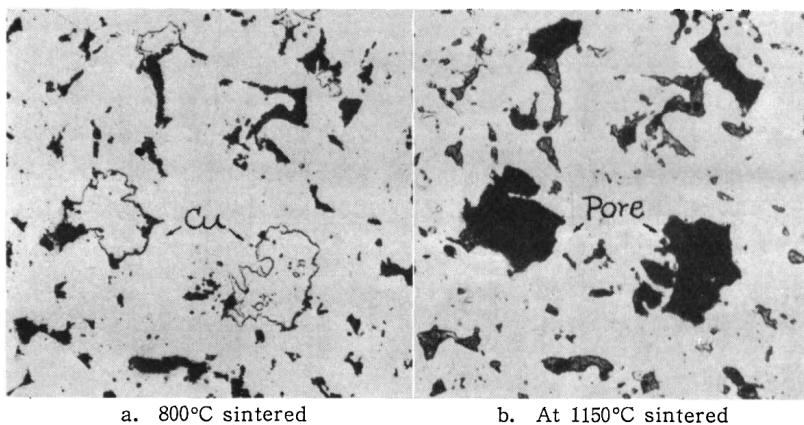


Photo. 1 Structural change of the pore taking place in Fe-13%Cu compact during sintering as polished. (Compacting pressure: 3t/cm²) ×100×10/13

Fe-Cu系含油軸受の焼結過程における空孔の生成機構について

した空孔の生成状態を明確にするための実験であって二つに分けられる。

まず実験 I に用いた粉末を Table 2 に示した。Fe-Cu 系に対して Fe-Ag 系も加えたのは、加熱中に前者は Fe, Cu とともに相手の金属の一部を溶解するのに比べて、後者は両成分が全く溶解しないから、この二つの系を比較することによって空孔の生成機構に対する合金化現象の影響を検討するに適切と考えたからである。すなわち Sauerwald¹⁰⁾ の方法によつて作った粒子径約 0.23mm の球状 Cu 粉および球状 Ag 粉を II での実験と同様な粒度分布をもつ電解搗碎 Fe 粉とそれぞれ配合した上、混合し、加圧力 3t/cm² で外径 11mm、高さ約 10mm のタブレット型試験片に圧縮成形した。圧粉体は II と同様、水素気流中において 10~15°C/min の範囲内にあるような加熱速度で 800°C まで加熱、直ちに冷却した後に焼結体の表面を注意して研磨し、表面付近に埋め込まれている球状粉の一つがちょうど中央断面、換言すれば直径が約 0.23mm となるまで仕上げた。次にこの試料を再び約 800°C から 1150°C まで加熱し、同一箇所を倍率約 150 倍のスケール付顕微鏡によって観察した。

実験 II は上記の実験に対する補助の意味で Fe-Ag 系焼結体の通気度を測定し、II での Fe-Cu 系の結果と比べるものである。使用した粉末は Table 3 に示す。粉体は軸受型であつてその製造条件は II の実験と全く同様である。焼結も II の実験と同様な条件にて 1150°C まで加熱、直ちに冷却する方法をとり、これと同条件で焼結した Fe-Cu 系と比較した。

2 実験結果

実験 I の結果として球状 Cu 粉および Ag 球状粉の粒子径とそれらの流出孔との関係を Table 4, 5 に、また両系焼結体の空孔組織の顕微鏡写真を Photo. 2, 3

Table 3 Composition of specimens and powder size used in the experiment II of 3.

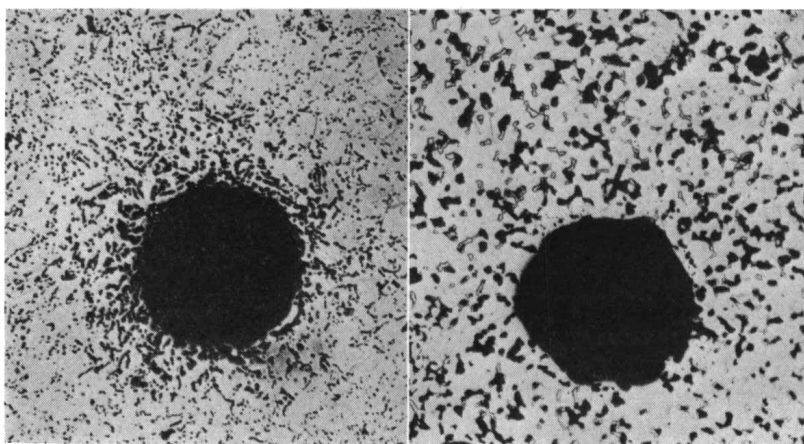
Specimens	Composition		Distribution			
	Fe	Ag	Electrolytic Fe powder, crushed		Electrolytic Cu powder	
	wt%	wt%	mesh	%	mesh	%
Ag 5	95	5	-150+200	20		
Ag 10	90	10	-200+270	20	-150+200	100
Ag 20	80	20	-270	60		

Table 4 Relation on particle-size of spherical copper powder and pore-size of spherical "Copper-off pore".

Sintering →	Heated up to 800°C	Heated up to 1150°C	Heated at 1150°C for 120min
	Particle-size of spherical copper powder (mm)	Pore-size of spherical "copper-off pore" (mm)	Pore-size of spherical "copper-off pore" (mm)
Fe-5% Cu	≒0.23	≒0.30	≒0.29
Fe-20% Cu	≒0.23	≒0.30	≒0.31

Table 5 Relation on particle-size of spherical copper powder and pore-size of spherical "silver-off pore".

Sintering →	Heated up to 800°C	Heated up to 1150°C	Heated at 1150°C for 120min
	Particle-size of spherical copper powder (mm)	Pore-size of spherical "copper-off pore" (mm)	Pore-size of spherical "copper-off pore" (mm)
Fe-5% Ag	≒0.23	≒0.23	≒0.23
Fe-20% Ag	≒0.23	≒0.23	≒0.23



a. Cu 5 wt%

b. Cu 20 wt%

Photo. 2 Pore-structure of sintered Fe-Cu compacts, in which spherical copper powders being used. (Compacting pressure: 3t/cm², sintering temp.: 1150°C) ×100×10/14, as polished

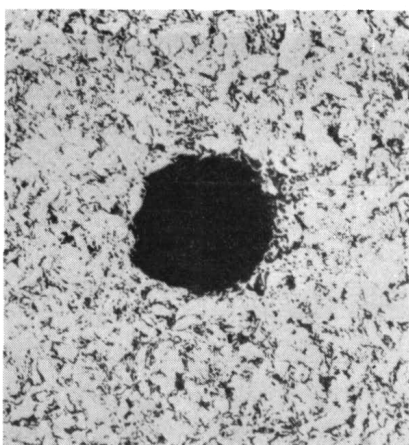


Photo. 3 Pore-structure of sintered Fe-5% Ag compact, silver powders being spherical (Compacting pressure: 3t/cm², sintering temp. 1150°C) ×100, as polished.

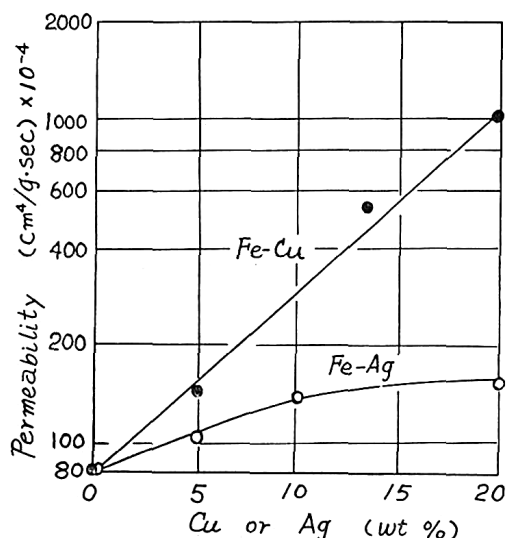


Fig. 5 Permeabilities of sintered Fe-Cu and Fe-Ag compacts. (Sintering temp.: 1150°C)

に示し、実験Ⅱの結果として Fe-Cu 系および Fe-Ag 系焼結体の通気度の比較を Fig. 5 に示した。

3 検 討

(1) 平衡図からみた焼結過程における合金化と液相発生 2 の実験結果を検討するまえに、Koehring あるいは Laurent¹¹⁾, Eudier らが Cu-Sn 系に対して試みたところの、各温度での圧粉体内に行なわれる合金化並びに液相発生状態を平衡図から想像する方法を、Fe-Cu 系および Fe-Ag 系に対して応用、以後の考察資料とした。

まず Fe-Cu 系について、Fe-Cu 系平衡図¹²⁾を Fig. 6 に、それぞれの Cu 配合量を有する Fe-Cu 系圧粉体の焼結中における液相発生状態を Fig. 7 に示した。

Cu および Fe 相互の拡散は Cu の溶融点以下でも高

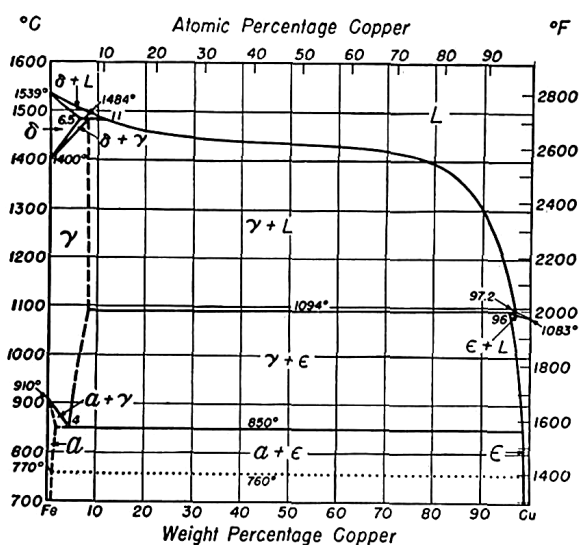


Fig. 6 Phase diagram of Fe-Cu system. (B.N. Daniloff)¹²⁾

温度側ではわずかに行なわれるはずであるが、焼結の操作では加熱速度が比較的速い上に配合 Cu 粉も粗大であるから、一応無視しても差支えないと考える。そこで圧粉体は Cu の溶融点直下までは配合時と同じ組成の Fe 粉および Cu 粉が存在しているとみてよい。但し Fe 粉は A₈ 変態点(910°C)以下では αFe、それ以上では γFe となっている。Cu の溶融温度(1083°C)に達すると、Cu 粉が溶融することにより各圧粉体内には Cu 配合量と同量の液相が発生する。平衡図では 1083°C で溶融した Cu は、1094° (包晶温度) までは Fe を溶解すると直ちに固化して ε となるために液相は漸次消失するはずであるが、Cu の溶融温度と包晶温度との間隔はわずかであり、しかも前記したように焼結操作での加熱速度は比較的速いから 1083~1094°C 間での液相消失は実際にはわずかしおこらないものと考えてよい。さて 1094°C に達すると再び液相が発生する機会を得る。この温度における Fe の Cu への溶解度は約 2.8wt% であるから液相量は 1083°C の時よりやや増えることになるが、また高温になるに伴いその溶解度はさらに増加するために、液相は焼結温度 1150°C までは温度上昇とともに周囲の Fe を速かに溶解してわずかではあるが増加することがまず考えられる。しかし一方 Fe 側においても、Cu が液相になって Fe 粉体表面にぬれること、およびすでに相当な高温であることから、Cu を溶解して Fe-Cu 合金を作り始める。すなわちこの場合 γFe への Cu の溶解度は Cu の溶融点以上焼結温度 1150°C 付近では約 8wt% であるために、逆に Cu が γFe に溶け込み、飽和値に達するまで液相は大きく減少することになる。したがって各圧粉体内における液相量の変化曲線は上記の Fe と Cu 相互の溶解にもとづく増減を組合せた形と

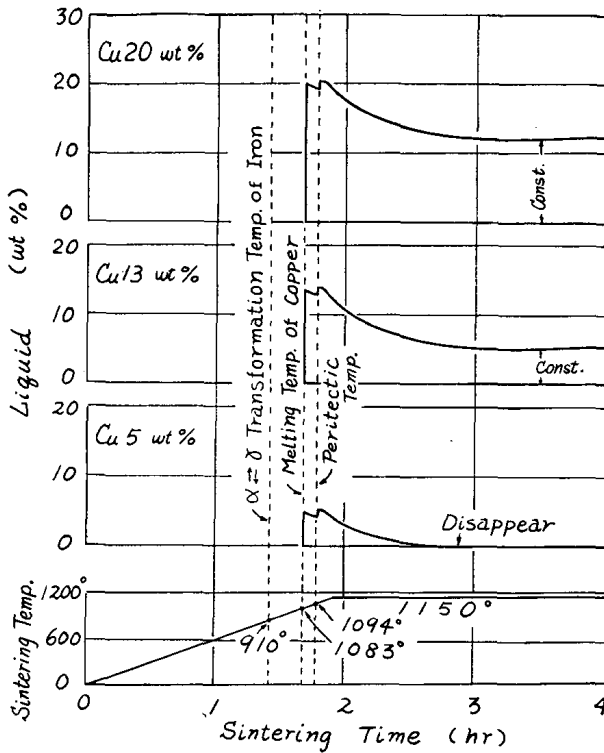


Fig. 7 Liquid phase in the Fe-Cu compacts during sintering. (Calculated)

なるのであって、これを各 Cu 配合量によって図示するとそれぞれ Fig. 7 に示したようになる。

次に Fe-Ag 系について、Fe と Ag とは相互に溶解性が全くないから、910°C における Fe 粉の $\alpha\text{Fe} \rightarrow \gamma\text{Fe}$ 変態後の、Ag の融点で生ずる液相 Ag の量は、温度および時間に対して無関係であって、Ag の配合量そのままを持続する。Fig. 8 は Ag 配合量 13wt% の場合であるが、Ag の配合量 20wt% および 5wt% の場合も全く同様な形となる。

(2) 実験結果の考察

まず Table 4 および Photo. 2 にあきらかなよう

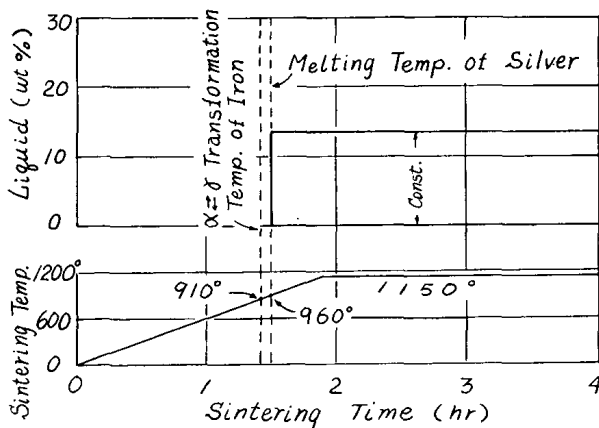


Fig. 8 Liquid phase in the Fe-13% Ag compact during sintering. (Calculated)

に流出孔は Cu 配合量にはほとんど影響なく、Cu 粉より約 1.2~1.3 倍の大きさとなるが、いずれも 1150°C での保持過程では変化していない。Photo. 2 において流出孔を中心とした比較的細かい空孔について観察すると、Cu の配合量 5wt% のもの (Photo. 2-a) は流出孔の周辺に放射状に生長した空孔がみられる一方、Cu の配合量 20wt% においては流出孔の周辺ばかりでなく全般にわたって空孔の生長がみられるとともに、比較的微細な空孔には Cu 合金 ϵ が観察される。

流出孔が Cu 粉の原形よりやや大きくなるのは、(1) で述べたように液相 Cu はその融点付近において Fe を約 3wt% 程度溶解するので、流出の際に周囲の Fe 粉体を侵食したためであり、また流出孔周辺の空孔が生長するのも同様な機構にもとづくものと考えられる。Fe 溶解をした Cu は大部分液相の形で存在するが、温度上昇によって Fe の Cu に対する溶解度がやや増すから、その後の浸食作用は徐々にあるが行なわれる。しかし一方においては、Cu はその融点付近では γFe に対して約 8wt% の溶解度を有し液相は次第に減少し始めるから、結局 Cu はこの段階においては溶融、流出、Fe の侵食および γFe への合金化等の諸現象をきわめて短時間に行うことになる。

したがって Cu 配合量 5wt% のように Cu 配合量が、 γFe への Cu の溶解量より少ない場合には、液相は時間の経過に伴ってやがて消失するから、流出孔の周辺部のみの空孔に生長が見られるのであり、また Cu 配合量 20wt% のように過剰の場合には Fe 粉体間に流れ込む液相が多量であるため Fe 粉体間の空孔は全般にわたって生長するとともに、一部の空孔には ϵ が存在するのである。II の Fig. 4 において各 Fe-Cu 系焼結体の通気度が Cu の融点以上で著しく向上したのは、主として上述したような Cu 粉の流出孔の発生およびそれに伴う Fe 粉体間の空孔の生長現象にもとづくものである。また Cu の配合量が多いほど通気度が向上することは、流出孔を作る Cu 粉の数が配合量とともに増すのに加えて、Fe 粉体間の空孔の生長現象がさらに活発化することを考えるべきであるが、一方においてこの ϵ の Fe 粉体間空孔への残留は、特殊な製造条件、たとえば Cu の配合量がきわめて多い場合、あるいは加圧力が大きく圧粉体の多孔率が著しく低い場合では空孔の大半をふさぐことになり、かえって通気度を低下させる恐れも生ずると考える。この点については稿を改めて検討するが、Fig. 3 において Cu 配合量 13wt% および 20wt% 焼結体の含油性が、1150°C の保持過程において他

の焼結体に比べてとくに低下が目立つ原因をII, IIIのように液相介在によって焼結現象が促進されたことのみとせず, 上記のε残留現象も加わった結果と解釈すれば含油性の立場からも同時に検討すべき問題であることはいうまでもない。

次に以上述べた考察を確かめるためにFe-Ag系に対して同様な実験を行なった結果としてのTable 5およびPhoto. 3について検討する。すなわちAgはその溶融点において液相化し, Cuの場合と同様にFe粉体間に流出してAg粉の流出孔を作るが, Agの液相はFeを全く侵食しないから, Ag粉と同じ大きさの空孔ができるだけで, 流出孔周辺の空孔の生長もほとんど見られずむしろ流出したAgで埋められる傾向が観察される。

Fig. 5は実用粉を用いたFe-Cu系およびFe-Ag系焼結体の通気度を比較した結果であるが, これによっても空孔の発達には単に配合されている低溶融側金属粉の溶融, 流出現象ばかりでなく, 成分同志の合金性にもかなり影響されることがわかる。

IV 焼結過程におけるかたさ並びに圧環強さの変化

1 試料および実験方法

本実験はFe-Cu系焼結体の合金化状態を確かめるとともに強度変化について検討した。試料はIIの実験に用いたものをそのまま使用した。かたさは主として合金化状態を知るために測定したのでマイクロピッカースかたさを採用し, その測定面はあらかじめ研磨後, 5%ピクリン酸アルコールにて腐食して各金属および合金を観察できるようにした。

また焼結体の強度の表現には圧環強さを採用した。

2 実験結果および検討

Table 6に焼結過程におけるマイクロピッカースかたさの変化を示す。1000°C以下においては何れの試料も各の配合成分のかたさを示している。Cuの溶融点以上においては常温でα+εの共晶組織となるFe側のFe-Cu合金が現われ, またCuの配合量が多いものでは, さらにεが残留する, 1150°Cになった直後においてはまだFeの未合金部分が存在しているが, 保持60min後においてはFe-13%CuおよびFe-20%Cu焼結体ではすでに合金化は完了し, 焼結中に液相が速かに消失するために合金化がおそいと考えられるFe-5%Cu焼結体においても未完了の部分はきわめて少なく, もはや短時間の保持で合金化は完了することを示している。

次にFig. 9に示した圧環強さと焼結過程との関係において, 各試料の1000°C付近までの強さの上昇はいわゆる焼結現象によるものであり, 1000~1150°C間でのFe-Cu焼結体の急上昇は主として強固なFe側Fe-Cu合金の形成, およびとくにCu配合量の多い場合にはさらに余剰の液相Cu-Fe合金によるバインダ的效果にもとづくものである。すなわち1000~1150°C間では空孔の生成および発達ももっともはげしく, それによる強さの低下が懸念される区間でもあるのかかわらず, このような著しい強さの上昇が得られるのは, 上記の効果にもとづく焼結体の骨格の強さが空孔の形態変化による強さの低下を補って余りあるほど向上したためと考える。また1150°C保持過程におけるゆるやかな上昇は末期の合金化を伴った焼結現象

Table 6 Change of hardness during the sintering process.

Sintering process → Specimens Metals and alloys ↓		a	b	c	d	e	f	g	h
		Green compact	Heated up to 600°C	Heated up to 850°C	Heated up to 950°C	Heated up to 1000°C	Heated up to 1150°C	Heated at 1150°C for 60min	Heated at 1150°C for 120min
Fe	Fe	103	66	64	66	63	65	68	68
Fe- 5% Cu	Fe	110	65	62	60	63	65	(68)	Disappear
	α+ε	—	—	—	—	—	115	137	137
	Cu	48	33	37	36	35	Disappear	—	—
	ε	—	—	—	—	—	Disappear	—	—
Fe-13% Cu	Fe	118	64	65	68	67	66	Disappear	—
	α+ε	—	—	—	—	—	161	184	180
	Cu	50	38	40	41	39	Disappear	—	—
	ε	—	—	—	—	—	87	87	88
Fe-20% Cu	Fe	107	68	63	68	67	66	Disappear	—
	α+ε	—	—	—	—	—	171	161	176
	Cu	49	38	35	38	36	Disappear	—	—
	ε	—	—	—	—	—	85	87	85

(Surface for measurement was etched by 5% Picral.)

であるが、Cu 配合量の多いものほど上昇の傾向が強いのは介在する液相の量が増加するためである。

V 空孔の生成機構について

以上の実験結果並びに検討から焼結過程における空

孔の生成状態を4段階に分けて総合的に考えてみた。また Cu の配合量が γ Fe に対する Cu の溶解量 (約 8wt%) より多いか少ないかによって Cu の溶融点以上における空孔の動態, 合金化状態その他が多少異なるので Fig. 10 に示した機構概略図では Cu の配合量が異なった二つの場合を示した。

1) 圧粉体より A_3 度変態点 (910°C) 以下: 圧粉体内には Fe(α) 粉および Cu 粉と各粒子間のすきまで構成される空孔とが存在する。約 600°C 付近から焼結現象によって圧粉体はわずかに収縮, 高温になるほど次第にはげしくなる。したがって強さもわずかに上昇する。しかしこの間の Fe と Cu との間の合金化はほとんど行なわれない。

2) A_3 変態点以上 Cu の溶融点 (1083°C) 以下: 約 910°C で起こる A 変態によって Fe 粉は α から γ に変りつきつきに収縮する。この場合粉体内の変態をうけて収縮した粉末はまだ変態をおこさない Fe 粉および変態をしない Cu 粉と分離するために, 粉体間のすきまで構成されている空孔の一部は生長, したがって焼結体はすでに進行しつつある焼結現象によって多孔率および有効多孔率はやや低下するにもかかわらず, 含油性および通気度の高い空孔組織を得る。一方比較的高温度にさらされるために, Fe, Cu 間に合金化も行なわれることも考えられるが, 固体間の反応であ

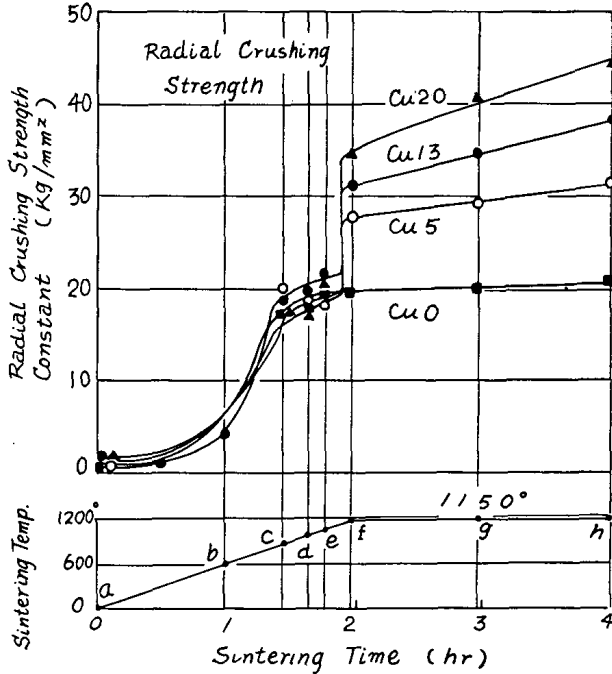
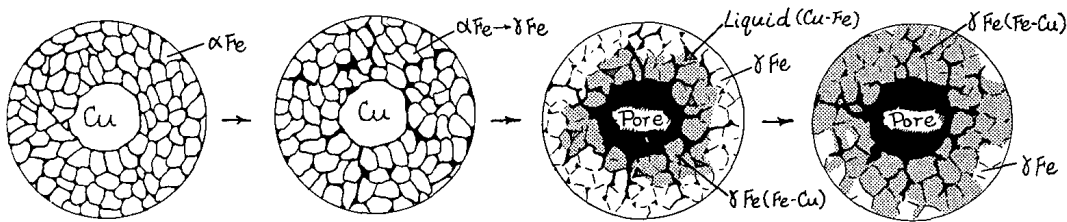
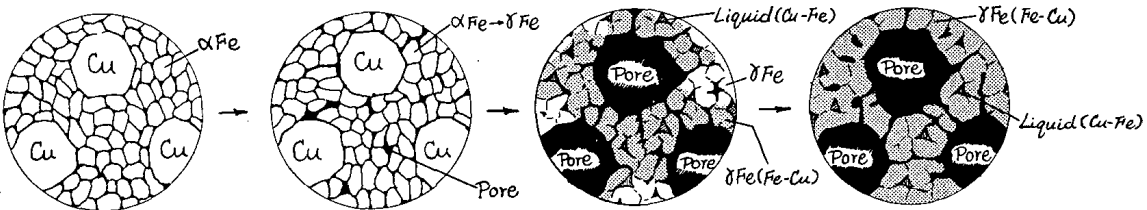


Fig. 9 Change of strength during sintering.

Copper Content < Copper Solubility in Iron ($\approx 8 \text{ wt } \%$)



Copper Content > Copper Solubility in Iron



Green Compact

Over the α -Fe- δ -Fe Transformation Point

Over the Melting Point of Copper

Keeping at 1150°

Fig. 10 Schematic representation of the pore-structural changes of Fe-Cu compacts, taking place during sintering.

り、しかも各粉末粒子も比較的粗大であるから全体的にはそれほど大きい変化はなく焼結体の成分比は大抵圧粉体とほぼ同じ状態を保持しているものとする。

また強さの向上も焼結による効果が、一部空孔の生長によって打消されるのでわずかである。

3) Cuの溶融点以上、最高加熱温度(1150°C)まで: Cuの溶融点を通過すると、焼結体内のCu粉は溶融、液相となってFe粉体間へ流出するがその時に周囲のFeを浸食するから、Cu粉の原形よりやや大きい流出孔が生成され、ここで含油孔の組織のうち「油だめ孔」が形成される。またFeを侵食しながら流出したCuはFeを飽和するまで同じ機構で侵食をくり返すために、液相の通過した空孔は拡大される。一方Cuは溶融とともに次第に γ Fe中に拡散して合金化するから、焼結体は膨脹をおこし空孔の総量は再び増加する。したがってこの段階では通気度は著しく上昇するとともに、多孔率並びに有効多孔率も増す。しかし上記の γ Feに対するCuの合金化は固体拡散にもとづくために完了までにやや時間を要すること、また γ Feに対するCuの溶解度は約8wt%であることから、CuはFeを飽和した状態でCuの配合量に応じて液相のまま残留、これが一部の空孔を埋めて独立させる。そこでとくに含油性はむしろやや低下し、その傾向は液相の余剰Cu合金のできるCu配合量約8wt%以上の焼結体ほど強くなる。

ここまでの段階において一応発達し終ったとみられる粉体間のすきまからできた空孔は、含油孔組織のうちの「毛細状孔」の機能をもつから、ききにできたCu粉の流出孔による「油だめ孔」と組合さって、焼結体内の空孔は含油孔としての形態を具備したことになる。すなわち一方において焼結体の強さはこの段階での空孔の発達にもかかわらず、Fe-Cu合金の生成およびとくにCu配合量約8wt%以上の焼結体においては、液相Cu合金によるバインダ効果も加って著しく向上するからここではじめて含油軸受としての性質が完成するのである。

4) 最高焼結温度における保持(1150°C, 0~120 min): 初期のうち(3i)で述べた γ FeへのCuの合金化が均一化するまで行われるが、この完了はCu配合量の多いものほど早いはずである。しかしこれが完了すると、Cuの配合量が約8wt%以下の場合では焼結体の合金相はCuを含む γ Fe単相となり、約8wt%以上の場合ではCuを約8wt%飽和した γ FeとFeを約3wt%飽和した液相Cuとが共存する。焼結の進行による収縮に伴って空孔は次第に縮小するが、焼結による空孔の消失は微細な空孔から行なわれるから¹⁰⁾、多孔率、有効多孔率並びに含油性は次第に低下するが、比較的大きい空孔はほとんど影響をうけず、したがって通気度は変化が少ない。また焼結体の強さ

は主として焼結現象の進行に伴って時間とともに徐々に向上する。

VI む す び

以上記述した実験結果並びに考察から次のことが結論される。

1) Fe-Cu系焼結体の含油孔は主としてA₃変態点(910°C)からCuの溶融点以上での温度上昇期において生成される。すなわちA₃変態点においてFe粉 $\alpha \rightarrow \gamma$ の変態に伴ってまず粉体間で形成される空孔の一部が生長し、次にCuの溶融点以上においてCu粉が溶融、Fe粉体間に流出することによって「油だめ孔」ができる。流出したCuと粉体とFeの相互の合金化反応に伴ない、粉体間で形成される空孔はさらに発達して「毛細状孔」を作り、ここに含油孔は完成する。

2) A₃変態点で行なわれる空孔の生長現象は固相状態で行なわれるから、含油孔の組織におよぼす効果はそれほど大きくない。しかしCuの溶融点以上で行なわれるCu粉の流出孔発生現象並びに空孔の発達の現象は液相を介在する状態で行なわれ、しかも高温下であるためにその効果はきわめて大きく、かつ急激である。したがってFe-Cu系含油軸受の空孔組織の制御は高温におけるCu粉の溶解現象を中心として検討すべきである。

3) Cuの溶融点以上の温度上昇期で完成された含油孔はそのまま長時間保持すると、焼結の進行に伴って微細な空孔から消失しはじめる。焼結体の強さを向上させるためにはある程度高温保持は必要であるが、長時間にわたっての保持はできるだけさけるべきであろう。

本研究に対し有益なる御助言、御討論をいただいた名古屋工業技術試験所第2部長鹿取一男博士、第2部1課長林悦雄氏、研究員南谷有司氏並びに研究員藤井康次氏(現古河電工中央研究所)に感謝の意を表します。

文 献

- 1) A. J. Langhammer: Machinery, 51, No. 8 (1945), 152.
- 2) W. H. Arate: Product Eng., 15, (1944), 561.
- 3) 小藤・渡辺・森本: 粉体及び粉末冶金, 2, No. 2 (1948), 1.
- 4) C. G. Goetzel: Treatise on Powder Metallurgy (II), Interscience Publishers, Inc., New York (1950), 506.
- 5) 渡辺: 名古屋工業技術試験所報告, 7, (1958), 743.
- 6) P. U. Gumeson. L. Forss: Precision Metal Molding, 13, No. 10 (1955), 55.
- 7) W. D. Jones, Principle of Powder Metallurgy, Arnold, London (1937), 150.
- 8) G. Bockstiegel: Stahl u. Eisen, 79, (1959), 1187.
- 9) 渡辺: 日本金属学会誌, 19, (1955), 415.
- 10) F. Sauerwald. L. Holub: Z. Electrochem., 39, (1933), 750.
- 11) P. Laurent. M. Eudier: Revue de Metallurgie, 6, (1953), 382.
- 12) Metals Handbook Committee: Metals Handbook, A.S.M., Cleveland (1948), 1196.
- 13) F. N. Rhines, C. E. Birchenall, L. A. Hughes: Trans. A.I.M.E., 118 (1950), 188.