

において、すでに殆んど失われた温度勾配、および徐冷条件のもと肥大晶を形成し、その肥大晶の周囲に溶質をさらに排出したものと考え、Photo. 4 はその点を説明するためのものである。

5) (イ) 温度分布および濃度分布はたしかめていない。

(ロ) ガラス管内壁の核作用は無視できないと考える。それは凝固界面前方に発生する二次晶

の生成場所がかならずしも一定しないことによつても言える。しかし管の温度勾配を大にした場合 (110°C で注湯した場合) 冷却端で晶出した結晶がどこまでも連続的に成長するのでなくて、必らず成長速度の低下、界面はるか前方に晶出と言う現象を呈する点が重要と考える。

鉄系焼結体のガス浸炭、焼入れ*

庄司啓一郎**・山田新太郎***

Gas-Carburizing and Quenching of Sintered Ferrous Materials

Keiichiro SHOJI and Shintaro YAMADA

Synopsis

Fe-Cu and Fe-Ni compacts were prepared from the mixtures of reduced iron, electrolytic copper and carbonyl nickel powders. These compacts were sintered and gas-carburized. The effects of sintering time and carburizing time on the carburizing behavior were examined.

Further, gas-carburized specimens were oil-quenched. Microstructures, toughness and hardness of quenched specimens were also examined.

The results obtained are as follows:

(1) The sintering time of sintered Fe-Cu has minor effect on the carburized depth as compared with that of sintered Fe-Ni.

(2) Short carburizing time is suitable for sintered Fe-Cu because of porous structure.

(3) By oil-quenching of carburized specimens, more developed and uniform hardened-case can be obtained with Cu addition than with Ni addition because diffusion of Cu into Fe is faster than that of Ni.

(4) Owing to the porous structure of sintered Fe-Cu, hardness of hardened-case is lowered slightly, and toughness of quenched specimen decreases remarkably above 3% Cu.

(Received 21 Nov. 1967)

1. 緒 言

鉄系焼結体の熱処理では、鋼材の場合には見られない特殊な現象を考慮しなければならない。しかし、現況では、鋼材の場合と同様な処理が行なわれていることが多く、今後これについて基礎的な検討の必要が認められる。さらに、Ni を添加した鉄焼結体のガス浸炭、焼入れに関して、Ni の焼結促進作用、拡散などの焼結体に特有な現象が浸炭、焼入れ処理に与える影響を解明したが、鉄系焼結体への添加元素としては Cu が重要であるため、本研究では Fe-Cu 焼結体に対するガス浸炭、焼入れをとりあげ、Fe-Ni 焼結体の場合と比較し、ガス浸炭用鉄系焼結材における添加元素の効果についての知見を得ようとした。

2. 試料および実験方法

使用した粉末は還元鉄粉、電解銅粉、カーボニールニッケル粉である。各粉末の粒度と組成をそれぞれ Table 1 および 2 に示す。これらの粉末を所定の割合に混合し、さらに 0.5% のステアリン酸亜鉛を添加混合し、6 t/cm² で加圧、成形して、厚さ約 6 mm、幅 10 mm、長さ 40 mm の圧粉体とした。これらの圧粉体を精製水素を通じた焼結炉内に装入し、所定時間焼結した。炉内への装入にあたり、400~500°C の炉温で 10 min 保

* 昭和42年11月21日受付

** 大阪大学工学部 工博

*** 中外炉工業(株)技術研究所 工博

Table 1. Particle size of powders.

	Fe powder	Cu powder	Ni powder
Mean particle size (μ)	65	55	3
-100+150	26.7(%)	25.3(%)	
-150+200	28.2	21.8	
-200+250	16.3	14.6	
-250+325	11.5	9.7	
-325 (mesh)	17.3	28.6	

Table 2. Chemical compositions of powders. (%)

Fe powder		Cu powder		Ni powder	
Fe	99.0 min	Cu	99.5 min	Ni	99.0 min
C	0.05	Fe	0.03	Fe	0.10
S	0.01	Pb	0.04	S	0.005
P	0.01	Sb	0.04	O	0.51
Mn	0.02	Sn	0.02		
SiO ₂	0.20	Si	0.01		
O	0.30	O	0.23		

持し，ステアリン酸亜鉛を揮散させ，また焼結後は，試料を炉の室温部へ移動させ冷却した。

焼結体へのガス浸炭には，プロパンを變成した吸熱型ガスを使用し，ガスの浸炭能の制御は，プロパンと空気との混合比を変えて，浸炭炉内ガスの露点を調節する方法²⁾によつた。浸炭温度はすべて 850°C とし，浸炭状態をしらべるためには，所定時間の浸炭後，冷却帯に移動させ冷却した試料につき，表面部から 0.3, 0.3~0.9, 0.9~1.5, 1.5~2.1 mm の各部分切削粉につき C の分析を行なつた。

浸炭後の焼入れは，浸炭温度からの油焼入れとした。焼入れ油の粘度，引火点，H値はそれぞれ 80±10(R. W. 50°C) sec, (C.O.C) 190°C, 0.41/inである。焼入れ試料については，断面の組織検査と微小硬度の測定を行なうとともに，抗折力，衝撃値を測定した。

以上のほか，一部の試料については浸炭前の焼結体の密度，抗折力，衝撃値を測定した。

3. 実験結果

焼結体のガス浸炭では，焼結体の成形および焼結条件が浸炭程度に影響を与える。すなわち，添加元素の種類と添加量が同じであっても，成形，焼結の条件が異なると，焼結体密度，添加元素の拡散状態などが異なつてくるため，表面部C量，内部への浸炭程度に差を生ずる。本研究では成形をすべて 6 t/cm² の単一プレスとし，焼結温度は工業的な焼結温度に近い 1150°C を一定に選り，まず焼結時間を変えた場合につき実験を行なつた。

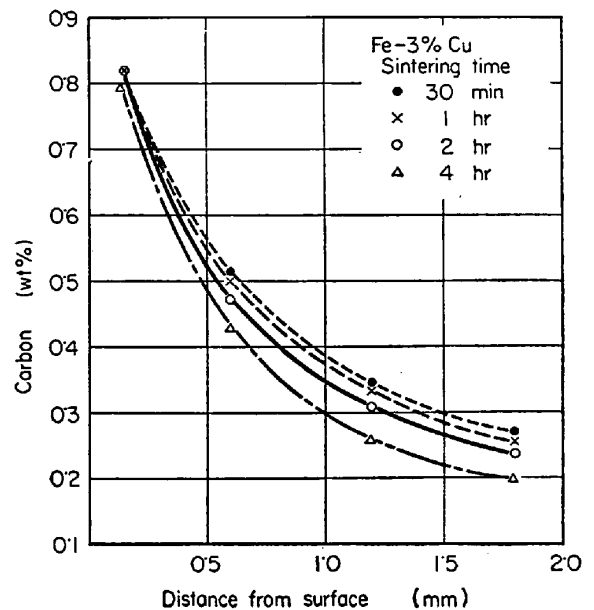


Fig. 1. Effect of sintering time on the carbon content across the section of carburized specimens.

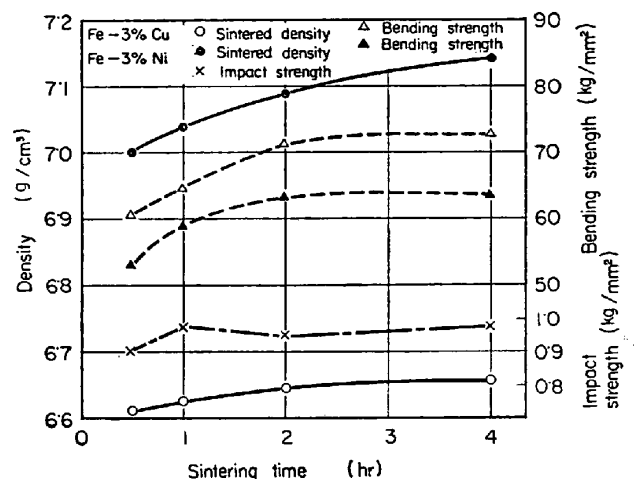


Fig. 2. Effect of sintering time on the properties of sintered specimens.

Fig. 1 は 30 min, 1hr, 2hr, 4hr 焼結した Fe-3%Cu 焼結体に対し，露点 0°C の浸炭ガスを用い，850°C で 1hr 浸炭した試料につき C の分析を行なつた結果である。図のように内部にいたる C 量の変化程度に与える焼結時間の影響は少なく，Fe-3% Ni 焼結体の場合に見られたような，焼結時間の増加に伴う内部への浸炭抑制効果が認められない。

Fig. 2 には，浸炭前の Fe-3%Cu, Fe-3%Ni 焼結体について，焼結時間による特性の変化を比較した結果を示す。Cu は Ni のような焼結促進作用³⁾を有しないため，焼結時間による密度の増加率は図のように，Ni を添加したものより小さい。このことは Fig. 1 で見られた焼結時間を長くしても浸炭抑制効果の少ない現象と対

応するものである。また Fe-3%Cu 焼結体の密度は Fe-3%Ni 焼結体の密度よりかなり小さい値となつてゐるが、これは Fe-Cu 焼結体の焼結過程に見られる異常膨張⁴⁾によるものである。抗折力、衝撃値の変化はいずれも焼結時間 2hr 以上で少ない。したがつて、以下の実験では焼結時間をすべて 2hr とした。なお、図には Fe-3%Ni 焼結体の衝撃値が示されていないが、本実験で使用了容量 1 kg·m 程度の衝撃試験機では破断しなかつたため、Cu を添加したものど Ni を添加したものとは衝撃値にかなりの差があることがうかがわれた。このような相異は焼結浸炭材の芯部のじん性に関係するもので、Cu を添加したものはのちに示すように、浸炭後の試料についてもじん性が劣つてゐる。

鉄系焼結体へのガス浸炭で、鋼材の場合との大きい相異は、浸炭深さが大きくなる傾向を示すことである。Fig. 1 の結果でもわかるように、Cu を添加したものは、とくにこの傾向が大きく、1hr の浸炭で鋼材に対しての数 hr の浸炭に匹敵する浸炭深さとなり、また表面部 C 量も焼入れに適する値となつてゐる。このように浸炭し易いものでは、浸炭時間の影響を重視しなければならないので、つぎにこれを検討した。

Fig. 3 は 1150°C で 2hr 焼結した Fe-3%Cu, Fe-3%Ni 焼結体に対し、露点 0°C の浸炭ガスを用い、30 min~2hr の浸炭を行ない、表面から 0.3 mm の深さまでの部分につき C を分析した結果である。図のように Fe-3%Ni 焼結体の表面部 C 量は、浸炭時間 2hr でまだ増加を続けるのに対し、Fe-3%Cu 焼結体では、浸炭時間 1hr でほぼ一定となつてゐる。

Fig. 3 の試料のうち、30 min, 1hr, 2hr 浸炭した Fe-3%Cu 焼結体および 2hr 浸炭した Fe-3%Ni 焼結体について、さらに内部にいたる C 量の変化をしらべた。結果は Fig. 4 に示す通りで、C 量変化曲線に対する浸炭時間の影響は、試料の焼結時間の影響を示す Fig. 1 の場合より大きい。また Fig. 3 で表面部 C 量がほぼ等

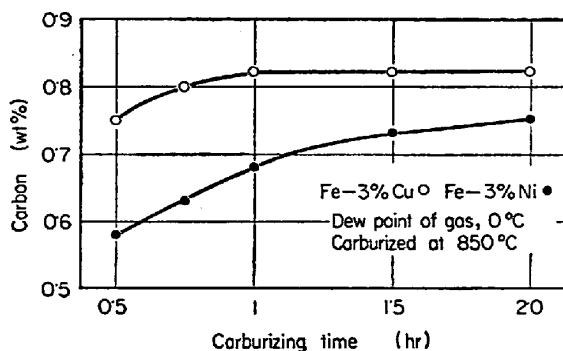


Fig. 3. Effect of carburizing time on the surface carbon content.

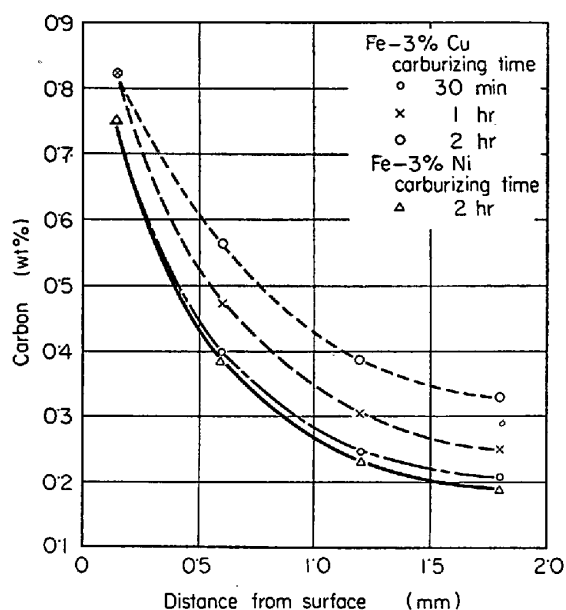


Fig. 4. Effect of carburizing time on the carbon content across the section of carburized specimens.

しい 30 min 浸炭した Fe-3%Cu 焼結体と 2hr 浸炭した Fe-3%Ni 焼結体は、内部にいたる C 量の変化においてもほぼ等しいこともこの図に示されている。

つぎに、浸炭温度から焼入れた試料について Cu と Ni の効果を比較する実験を行なつた。焼結体は多孔質であるため、焼入れ冷却剤として塩類水溶液を使用すると、これが多孔部に残存し、発錆の原因となる。したがつてとくに高密度の焼結材を除いては、冷却剤として油の使用が望ましい。鉄系焼結体の油焼入れにおける問題点は焼結体が通常の鋼材に比べて焼入れ性の悪い⁵⁾ことで、鉄のみの焼結体のガス浸炭、油焼入れでは、いかに冷却速度の大きい油を使用しても、表面部にかなりのトルースタイトが生ずる。したがつて、焼入れ性を向上させるような元素の添加が必要である。本実験では Cu および Ni をそれぞれ 1, 2, 3, 4, 5% 添加し、いずれも 1150°C で 2hr 焼結したものに対し、露点 0°C のガスを用い、850°C で浸炭後、浸炭温度から油焼入れした。浸炭時間は Fig. 4 の結果に基づき、Cu を含むものでは 30 min, Ni を含むものでは 2hr とし、浸炭程度をほぼ等しくした。これらの焼入れ試料につき、断面の組織をしらべた。Photo. 1 a, b, c はそれぞれ Cu 1%, 3%, 5% を添加した試料の組織である。Cu 1% の a では硬化が不十分で、表面に近い位置にもかなりの未硬化部が認められる。組織中の白色部は硬化部で、黒色部は未硬化部および空隙部である。Cu 3% の b では硬化部が発達し、Cu 5% の c では硬化部がさらに内部におよんでいる。Photo. 2 a, b, c はそれぞれ N 1%, 3%,

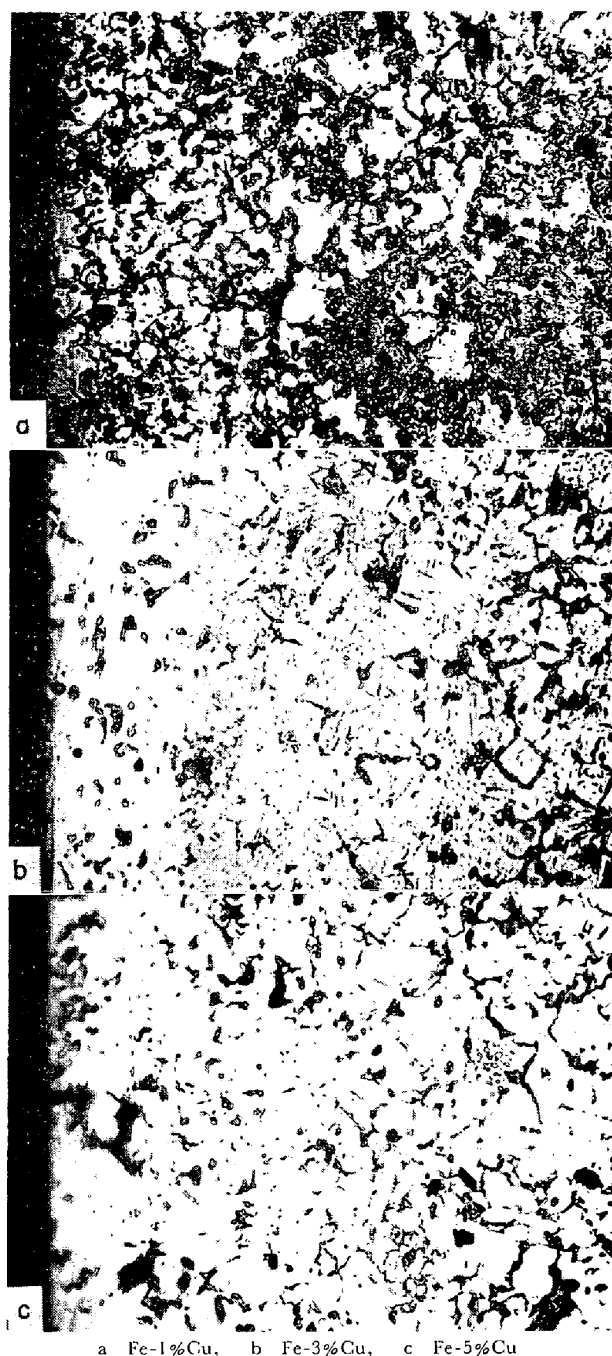


Photo. 1. Microstructures of carburized, oil-quenched Fe-Cu. ($\times 100$)

5% を添加した試料の組織である。Ni 1%の a では、Cu 1% の場合と同様に硬化が不十分である。Ni 3%の b では、硬化部は増加しているが、表面部からやや内部に入ると、硬化部が不均一となっている。硬化部がさらに増加した Ni 5% の c でも、同様に不均一な硬化部が見られる。この原因については後に考察する。

Fig. 5 は浸炭，焼入れした試料の抗折力と衝撃値である。Cu を添加したものの抗折力は Cu 3% まで増加し、これより Cu が多くなると低下している。衝撃値も Cu 3% 以上では低下している。一方 Ni を添加したも

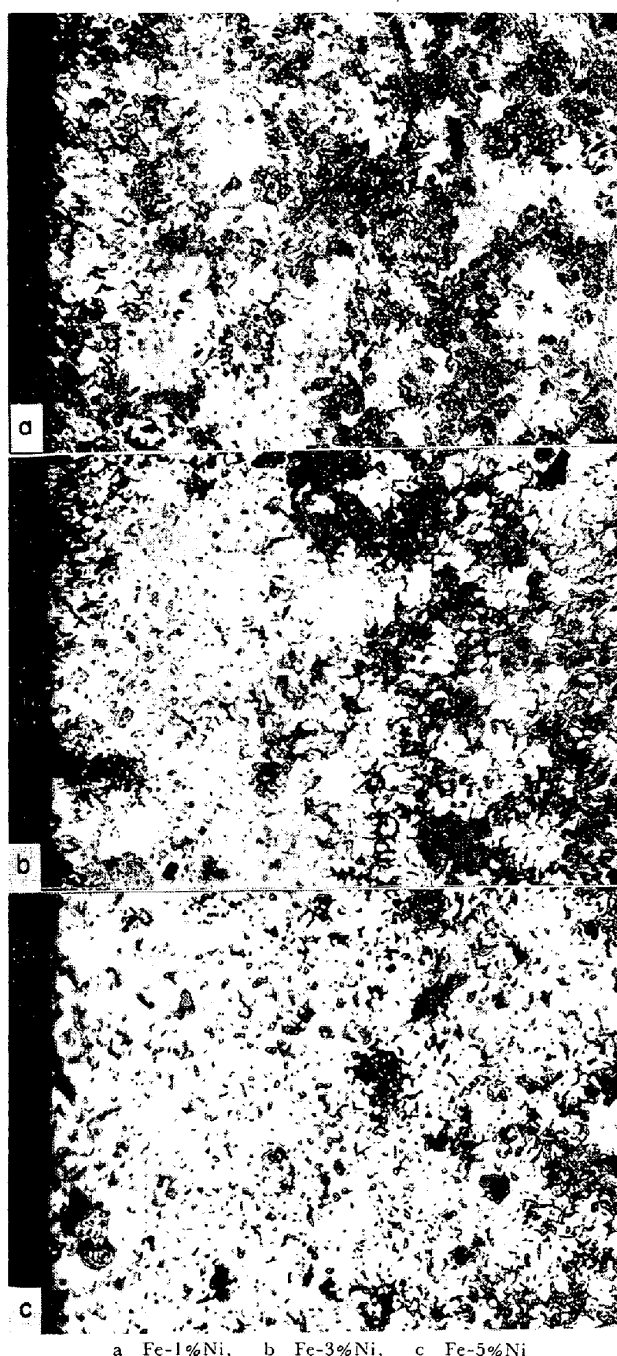


Photo. 2. Microstructures of carburized, oil-quenched Fe-Ni. ($\times 100$)

のは、Ni 量の増加とともに抗折力，衝撃値ともに増加する傾向を示している。

Fig. 6 は浸炭，焼入れした Fe-3% Cu, Fe-3%Ni 焼結体の微小硬度を測定した結果である。

4. 考 察

鋼材のガス浸炭では、表面部C量が一定値となるためには長時間の浸炭を必要とする。Fe-3%Cu 焼結体では Fig. 3 のようにこの時間は 1 hr 程度で、鋼材の場合よりはるかに短い。鋼材のガス浸炭は、表面部に浸炭し

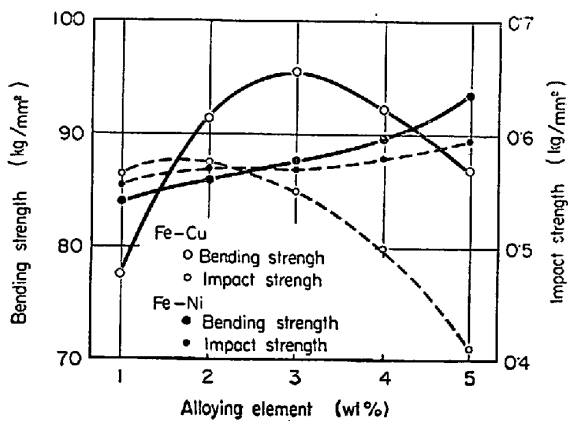


Fig. 5. Effect of alloying elements on the properties of carburized, oil-quenched specimens.

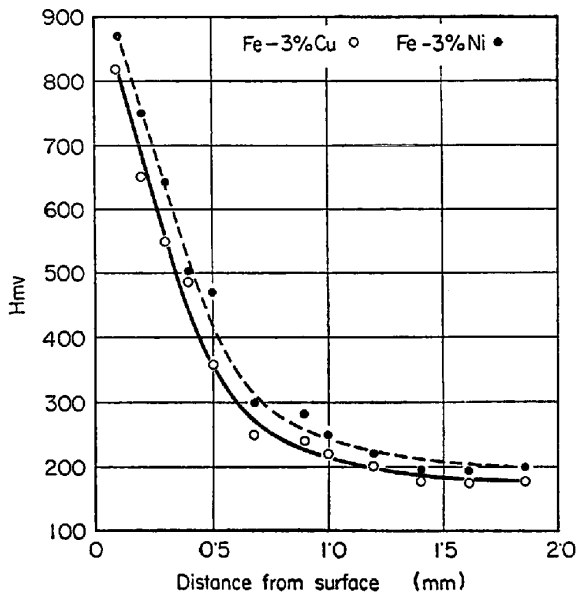


Fig. 6. Microhardness across the section of carburized, oil-quenched specimens.

たCが内部に拡散することにより行なわれるのに対し、焼結体のガス浸炭は、浸炭ガスが試料内部へ浸透し、浸炭深さは主として、内部多孔部へのガスの浸透程度によつて決定される。この場合、表面部付近はガスが浸透しやすく、これが表面部C量が短時間で一定値となる原因の1つと考えられる。また鋼材では表面部に浸炭したCが鋼材内部へ拡散するため、表面部C量が一定値となりがたいのであるが、多孔質である焼結体の場合、これと同様なCの拡散は鋼材の場合より少なく⁶⁾、このことも表面部C量が一定値となる時間を短くするのに寄与しているものと考えられる。このような推論によれば、表面部C量が一定値となる浸炭時間は焼結体の多孔度に依存し、多孔度が減少すれば、この浸炭時間が長くなり、鋼材の場合に近づくことになるが、事実、焼結体密度の大きいFe-3% Ni 焼結体では、Fig. 3.に示したように、

2hr の浸炭によつてもなお表面部C量が増加を続けており、以上の推論が妥当であることを裏づけている。

さて、上記のような一定値に達した表面部C量が浸炭ガスと平衡するC量とどの程度一致するかを知るためには、オーステナイト中のCの活量におよぼすCuの影響、Fe中へのCuの拡散程度などについてなお検討する必要がある、目下これらについて実験を進めている。

浸炭、焼入れを行なつた試料について、CuとNiの焼入れ性に対する効果を比較するにあつては、鋼材での添加元素の場合と異なり、焼結中に進行したこれら元素のFe中への拡散程度を考慮しなければならない。試料はいずれも1150°Cで2hr焼結したのであるが、CuとNiのFe中への拡散速度に差があるため、拡散程度が異なっている。Fe中へのNiの拡散速度の小さいことはよく知られており、NEIMANらの報告⁷⁾によると、1150°C付近では、拡散係数が $9.5 \times 10^{-12} \text{ cm}^2/\text{sec}$ とされており、本実験の場合と同様なFe-3% Ni 圧粉体を1150°Cで焼結した試料について、Niの分布を測定した結果⁸⁾によると、焼結時間2hrでは、Fe中へのNiの拡散はなお不十分で、Niの分布は均一でない。Photo. 2bの浸炭、焼入れしたFe-3% Niの組織で、硬化部の不均一が見られたのは、このようなNiの分布の不均一によるものと考えられる。Photo. 2cのNi 5%試料の硬化部不均一についてもこれと同様に解される。

Fe中へのCuの拡散については、LINDNERらの報告⁹⁾によると、1150°Cでは拡散係数が $1.3 \times 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{sec}$ 程度とされ、Niの場合よりかなり大きく、Fe-Cu焼結体中のCuの分布を検討した実験¹⁰⁾においても、Ni添加の場合より短時間で均一化する傾向が認められた。Photo. 1b, cの浸炭、焼入れしたFe-3% Cu, Fe-5% Cu焼結体の組織に硬化部の不均一が見られないこともこの傾向と一致している。

鋼材の焼入れ性に対するCuとNiの効果はほぼ等しいとされている¹¹⁾が、浸炭程度のほぼ等しいFe-3% Cu焼結体とFe-3% Ni焼結体を焼入れたPhoto. 1bとPhoto. 2bを比較すると、Cuを添加したもののほうが硬化部がよく発達しているのは、この両試料のようになぜとも2hrの焼結では、上記のようにCuがNiよりもFe中によく拡散したためであると解される。しかし、これら両試料について微小硬度を測定したFig. 6の結果では、Niを添加したものの方がかえつて硬度が高くなっている。この原因はCuを添加したもののほうがより多孔質であるため、見かけの硬度が低下したものと考えられる。

Fig. 5中のCuを添加したものの衝撃値の低下にも、

Cu 添加による多孔度の増加が影響を与えているものと見られる。鋼材においても Cu の添加は衝撃値を低下させるものとされている¹²⁾が，焼結体の場合には，Cu 添加により生ずる多孔度の増加のため，Cu 添加量 3% 以上で衝撃値の低下が大きくなったものと考えられる。

5. 結 言

鉄系焼結体のガス浸炭，焼入れに対する Cu 添加の影響を，Ni 添加の場合と比較検討し，つぎの結果を得た。

(1) 浸炭，焼入れ用 Fe-Cu 焼結体調製時の焼結時間は浸炭深さに対し，Ni 添加の場合のように大きい影響を与えない。

(2) Fe-Cu 焼結体では，組織が多孔質となるため，内部まで浸炭されやすく，また表面部 C 量も短時間で焼入れに適する値となる。したがって，短時間の浸炭が適している。

(3) Cu は Ni より Fe 中へ拡散しやすいため，Fe-Cu 焼結体を浸炭，油焼入れすると，Ni 添加の場合より発達した均一な硬化部が得られる。しかし Cu の添加により多孔度が大きくなるので，Ni 添加の場合より硬化部の硬度がやや低くなる。

(4) 浸炭，焼入れした Fe-Cu 焼結体は Cu 添加量 3% 以上になるとじん性の低下が大きくなる。

終わりに，ご指導を賜わった大阪大学工学部冶金学教室足立彰教授，三谷裕康教授に厚く御礼申し上げます。

文 献

- 1) 庄司，山田：粉体および粉末冶金，13 (1966)，p. 181
- 2) 庄司，山田：鉄と鋼，50 (1964)，p. 2345
- 3) 庄司：粉体および粉末冶金，12 (1965)，p. 22
- 4) G. BOCKSTIEGEL: Stahl u. Eisen, 79 (1959), p. 1187
- 5) R. CHADWICK and E. R. BROADFIELD: Symposium on Powder Metallurgy, Iron Steel Inst., Special Rep., 38 (1947), p. 123
- 6) W. SEITH and H. SCHMEKEN: Z. Elektrochem., 54 (1950), p. 223
- 7) M. B. NEIMAN, et al.: Doklady Akad. Nauk S.S.S.R., 91 (1953), p. 265
- 8) 三谷，庄司：粉体および粉末冶金，14 (1967)，p. 77
- 9) R. LINDNER and F. KARNIK: Acta Met., 3 (1955)，p. 297
- 10) 三谷，庄司，西垣：粉体粉末冶金協会，昭和42年春季講演会
- 11) 浜住：輓近鉄鋼および特殊鋼 (1944)，p. 283，内田老鶴圃
- 12) A. F. STOGOFF and W. S. MESSKIN: Arch. Eisenhüttenw., 2 (1928)，p. 321