構造用合金鋼粉末射出成形体の炭素量制御

富田 正一

神奈川県工業試験所, 〒236 横浜市金沢区昭和町3173.

Carbon Control of Injection Molded Body of Structural Alloy Steel Powder

Masakazu Tomita

Industrial Research Institute of Kanagawa Prefecture, 3173 Showa-cho Kanazawa-ku, Yokohama 236.

Received July 15, 1994

Control of carbon content in sintering process was studied in order to get the efficiency and the utility in the the metal injection molding process of structural alloy steel. After debinding the injection molded bodies of chromium molybdenum steel(SCM440) powder, the carbon content of the specimens was controlled by flowing hydrogen or hydrogen-methane mixture in the sintering process where the flow rate of gasses was regulated by mass flow and program controllers. As a result, the carbon content of the sintered bodies was almost proportional to the ratio of methane to hydrogen gas in the carburization at 1000°C, and the carbon distribution in the sintered bodies could be also controlled by adequate selection of conditions(time, flowing rate etc.) of flowing methane.

1 はじめに

金属粉末焼結体の炭素量制御方法には、計量混合時にグラファイト粉(浸炭用)や、金属酸化物(脱炭用)を添加する方法^{1)~3)}、脱脂の仕方で脱脂体の残留炭素量を調節する方法^{4), 5)}、脱脂体を炭化水素中で加熱する雰囲気熱処理法^{6)~8)}、など様々なものがある。これらの方法には、それぞれ一長一短がある。初めの二者^{1)~5)}は、簡便な代わりに試行錯誤に多くの手間を要するのが欠点である。雰囲気熱処理法^{6)~8)}には、専用炉を設ける面倒がある反面、工程数の削減効果や高い制御性をねらえる利点がある。

ここに述べる炭素量制御方法は、雰囲気熱処理法の一つであるが、焼結雰囲気には H_2 または $CH_4 \cdot H_2$ 混合ガスを用い、マスフローコントローラ(流量調節弁)とプログラムコントローラ(制御装置)により雰囲気調整を行いつつ焼結を進めた点が特徴である。本方法を構造用合金鋼粉末射出成形体に適用し、その制御性を評価した。

2 実験方法

原料粉末としてSCM440水アトマイズ粉(日本アトマイズ加工(株)製)を用いた。Table 1の主要化学成

Table 1 Main chemical composition(mass%) and characteristics of SCM440 water atomized powder.

	C _r	M _o	M _n	C	O	Mean particle size μm	Tap density kg/m^3
Water atomized powder	0.669	0.244	0.79	0.48	1.69	6.77	3.64
JIS	0.90~1.20	0.15~0.30	0.60~0.85	0.38~0.43	-	-	-

Fig.1 Injection molded plate tensile specimen(mm).

Fig.2 Outline of sintering apparatus.

Fig.3 Sintering process for carburization.

分に示すようにC_rはJISを下回り、逆にOは非常に多い。これと有機結合剤を質量比で100:9.1の割合で計量し、140~160°Cで90min 混練した。

これを厚さ3mm長さ70mmの板状引張試験片 (Fig. 1)

に射出成形し、300°C、4h大気中で加熱脱脂した後、焼結した。

焼結装置をFig. 2に示す。CH₄、H₂、N₂のガスボンベとシリコニット模型管状炉 (炉芯管内径50mm、長さ1000mm) を結ぶ配管途中に4台のマスフローコ

*1) 20°C, 1atmの体積流量。

ントローラ（佛小島製作所製3610）を設置し、これらをマルチループコントローラ（佛チノー製S J）によって並列的にプログラム制御した。これによって焼結工程における時々刻々の温度、各種ガス流量は自在に設定できる。このように雰囲気調整できるシリコン坩堝に脱脂体を一枚ずつ入れて焼結した。

焼結体に対しては顕微鏡組織観察、炭素分析、収縮率の測定を行った。炭素分析には佛堀場製作所製EMIA-720型炭素・硫黄分析装置を用い、切断砥石で切り刻んで得た焼結体断片約1gを分析試料とした。

3 焼結工程と焼結結果

Fig. 3の焼結工程に従って焼結体炭素量を CH_4 比率によって制御することを試みた。室温から 1000°C まで試料を H_2 還元した後、 1000°C で3通りの CH_4 比率（ CH_4 1.0, 1.5, 2.0 %）のもとで1h保持して浸炭した。 1000°C 以上では再び H_2 雰囲気にして 1200°C 、1hの焼結を行った。冷却は N_2 中で行い、 600°C から炉冷した。

Fig. 4 Methane ratios and carbon contents of sintered bodies.

Specimen 1

C 0.67%

Specimen 2

C 0.63%

Specimen 3

C 0.51%

50 μm

Inside

Vicinity of upper surface

Photo. 1 Sintered microstructures of the up stream ends of the specimens.

Carburizing at 1000°C for 1h in 2.0% CH_4/H_2 .

Sintering at 1200°C for 1h in 100% H_2 .

Fig.5 Sintering process for increasing the carbon content toward the inside of specimen.

Fig. 4は、Fig. 3の3通りのCH₄比率に対する焼結体炭素量分析結果である。再現性を確かめるために、各CH₄比率において焼結を3回繰り返した。図中1点が1焼結体である。分析箇所による差や、最大で0.16%の繰り返しによるばらつきが見られるが、CH₄比率に対する炭素量の直線性は明らかである。0.5%前後の炭素量の焼結体を得るのに、600°Cの浸炭においてはCH₄比率が70~90%程度であった⁹⁾ことと比べ、このように高温域で浸炭する場合は、CH₄比率に対する炭素量の感受性は格段に高い。一つの焼結体においても上流端の炭素量が下流端より高いのは、ガスが試料周辺を下るに従って、炭素が試料に拡散していく、雰囲気中のCH₄濃度の低下をきたすためだろう。

Photo. 1は、Fig. 4でCH₄2.0%のときの焼結体上流端の組織である。表層の脱炭は、一連の実験で得られた焼結体の多くに見られた。CH₄・H₂混合ガス

Photo.2 Microstructures of sintered body showing that carbon content increases toward the inside.

Fig.6 Equilibrium ratio of $H_2/(H_2+CH_4)$ as function of temperature¹⁰⁾.

Fig.7 Sintering process for decreasing the carbon content toward the inside of specimen.

雰囲気中で浸炭と同時に焼結を行った後、N₂中で冷却した場合でも同じような表層脱炭を起こしていることから、この原因は焼結雰囲気中のH₂ではなく、炉芯管内の残留O₂であると推定される。さらに、3試料間の炭素量の変動が脱炭層厚さの大小にほぼ対応していることに着目すれば、炭素量のばらつきは炉内残留O₂量の変動に起因しているとも考えられる。炭素量のばらつきの縮減にはガス置換装置の設置が有効であろう。

本実験で得られた焼結体のうち、3枚をO₂分析したところ、それは0.020, 0.031, 0.059mass%と、一般の鋼材並に低かった。これは、脱脂体に含まれる酸化物が、焼結雰囲気中のH₂あるいはCH₄からの遊離炭素によって十分還元されたことを物語っている。

焼結工程においてCH₄を流す時期やその比率を適宜調整することによって、焼結体内部で炭素量を傾斜分布させたり、表層のみを浸炭させたりすることもできる。Fig. 5, Photo. 2にはそれぞれ内部高炭素外側低炭素焼結体を作るための工程とその焼結組織を示す。Fig. 5の工程に従って、600°CでCH₄50%で15min間浸炭した後、昇温と共にCH₄比率を低下させていき、820°C以上では再びH₂雰囲気のもとで1150°C, 1h焼結した。600~820°Cの間でCH₄比率を低下させるのは、600°C, 15min間浸炭後の炭素量の状態を820°Cまでできるだけ維持したいため、その低下のさせ方はFig. 6のCH₄・H₂の平衡組成線図^[10]に基づいた。採用した経路は、多少炭素析出側に入った図中点線である。Photo. 2の焼結組織においてパーライトは板厚中央部で密、表面に近づくほど疎になっている。Fig. 7, Photo. 3は、逆に内部低炭素外側高炭素焼結体を作るための工程とその焼結組

Section in up stream end

d, Vicinity of bottom surface in sintering

e, Middle
50 μm

f, Vicinity of upper surface in sintering
Shrinkage 14.2%

Photo.3 Microstructures of sintered body showing that carbon content decreases toward the inside.

織である。室温から1200°C保持ステップの途中までH₂中で加熱して、ある程度焼結を進行させておく。その上でCH₄を3%の比率で30min間導入して、焼結をさらに進めると同時に浸炭する。こうしてパーライトが板厚中央部で疎、表面に近づくほど密の焼結体が得られる。

表層のみを浸炭させたい場合は、Fig. 8のように1200°C, 1h H₂焼結した後、炉冷の際に比較的高濃度のCH₄（この場合はCH₄ 20ml/min）を流してやればよい。溶製材に対する浸炭と同様に表層のみ浸炭される（Photo. 4）。

Fig.8 Sintering process for surface carburization.

50 μm C 0.21% Shrinkage 15.4%

Photo.4 Microstructure of carburized surface.

4 まとめ

マスフローコントローラに連携する焼結炉を用い、SCM440粉末射出成形体に対して $\text{CH}_4 \cdot \text{H}_2$ 混合ガス雰囲気による炭素量制御方法を試みた。結論を次に示す。

1) 1000℃, 1hの浸炭処理後1200℃, 1h H_2 焼結を行ったところ、焼結体炭素量は CH_4 比率にほぼ比例し、3回の焼結繰り返しに対して炭素量のばらつきは最大で0.16%であった。

2) 焼結工程において CH_4 を流す時期やその比率を適宜調整することによって焼結体内部で炭素量を傾斜分布させたり、表層のみを浸炭させたりすることができる。

本研究を進めるに当たり、炭素分析では当所分析科加藤専門研究員、金属組織試験では平野前専門研究員、服部技能員、酸素分析では(財)高度計測センター日吉専門研究員、小沼技師らから多大なご助力をいただいた。

た。ここに深謝する。

文献

- 1) American Society for Metals: Metals Handbook, 7(1973)203.
- 2) 三宅正人, 岡村和夫, 田中義清: 特開平3-84402
- 3) 林悦雄, 南谷有司: 名古屋工技試報告, 10(1961) 687.
- 4) 輪達忠彦, 平塚浩義: 特開平2-141503
- 5) 三浦秀士, 本田忠敏, Randall M.German: 粉体および粉末冶金, 38(1991)767.
- 6) 緒方和郎, 吉田誠矢: 特公昭55-51001
- 7) 徳本啓, 北田哲則, 今里州一: 特開平2-88729
- 8) 久我光広, 鈴木日出夫: 特開平6-73406
- 9) 富田正一, 中谷雅彦: 粉体粉末冶金協会講演概要集平成5年秋季大会, 20.
- 10) 金属熱処理技術便覧, 日刊工業, (1974)285.