研 究

MIM プロセスによる高性能鉄系摺動材料の開発

三浦 秀士^{☆1}, 馬場 剛治^{☆2}, 長谷 尚彦^{☆3}, 川上 雄士^{☆3}, 石橋 章義^{☆3}^{☆1} 熊本大学工学部知能生産システム工学科, 〒860 熊本市黒髪2-39-1. ^{☆2} 熊本大学大学院自然科学研究科, 〒860 熊本市黒髪2-39-1. ^{☆3} (株)リケン精機部品部製品開発 G, 〒360 熊谷市末広4-14-1.

Development of High Performance Ferrous Sliding Abrasive Wear-Resistant Materials Through MIM Process

Hideshi Miura^{☆1}, Takeharu Baba^{☆2}, Naohiko Nagatani^{☆3}
Yuji Kawakami^{☆3} and Akiyoshi Ishibashi^{☆3}^{☆1} Dept. Mech. Eng. & Materials Sci., Kumamoto University, 2-39-1 Kurokami, Kumamoto 860. ^{☆2} Graduate School of Sci. & Tech., Kumamoto University, 2-39-1 Kurokami, Kumamoto 860.^{☆3} Eng. & Develop. Dept., Riken Corporation, 4-14-1 Suchiro, Kumagaya 360.

Received July 17, 1996

SYNOPSIS

Metal injection molding (MIM) is a suitable processing route for the mass production of complex - shaped and high performance components. Therefore, MIM process is hoped to be quite useful for improvement of the quality and productivity in the automotive sintered parts.

This study has been performed to develop the high performance ferrous sliding abrasive wear-resistant materials through MIM process. A prealloyed powder (SCM440) was used as the matrix and also 3mass%TiN powder was added to improve the wear - resistance. Those compacts were densified to about 95% of relative by sintering, and the final carbon content was almost exactly controlled to be 0.4mass% by adjusting the debinding and sintering atmospheres and conditions. Sintered compacts showed the dual homogeneous microstructures consisted of ferrite and fine pearlite, and the pores and TiN powder particles were distributed uniformly, regardless of the injecting direction. Thus, the wear characteristics were not influenced by the injecting direction. Injection molded SCM440 steel showed the same wear-resistance as the wrought SCM440 steel. However, addition of 3mass%TiN powder caused a remarkable improvement of wear-resistance, which indicate that MIM process has enormous potential to produce high performance ferrous composites for the automotive parts.

KEY WORDS

metal injection molding, SCM440 steel, TiN powder, microstructure, abrasive wear - resistance

1 緒 言

高密度で複雑な形状部品をネットシェイプで量産できるという金属粉末射出成形 (MIM: Metal Injection Molding) 法の特徴¹⁾は, 自動車焼結部品の品質や生産性の向上にも極めて有効なプロセスであると期待される。

そこで本研究では, 自動車焼結部品の構成材料の1つである鉄系摺動材料 (SCM440鋼種) へのMIMプロセスの適用を試みた。その場合, 摺動特性の向上を目的としてTiN硬質粉末粒子の添加も行うが, MIMプロセスでは粉末とバインダを加熱

混練後, その流動性を利用して金型に射出するという成形法の特長性から, とりわけ硬質粒子の分散に異方性が生じることも予測される。したがって, 硬質粒子の添加だけでなく, 射出方向に平行なあるいは垂直な面での摺動特性についても調査検討を行った。

2 実験方法

原料粉末には, ガスアトマイズ法により作製されたSCM440合金鉄粉 (Fe:1.1mass%Cr-0.68mass%Mn-0.24mass%Mo, 平均粒径11.7 μ m)

Fig. 1 Schematic drawing of the pin - drum type wear test.

および硬質粒子としてTiN粉（平均粒径 $6.4\mu\text{m}$ ）を用い、TiN無添加粉末および3mass%TiN添加粉末の2種類を作製した。バインダにはワックス系バインダ（パラフィンワックス69mass%，ポリプロピレン20mass%，カルナウバワックス10mass%およびステアリン酸1mass%）を用い、上記粉末とそれぞれ68：32の体積比で加熱混練したのち、冷却粉碎して成型用原料とした。成形にはインラインスクリュ式射出成形機を用い、 $9.2\times 9.2\times 45.0$ （mm）の成形体を作製した。得られた成形体は、まずヘプタン気相中にてワックス成分を抽出したのち、残りのバインダを種々の濃度の H_2/N_2 または CO/H_2 混合ガス雰囲気下で加熱揮散させた。焼結は、種々の濃度の H_2/N_2 混合ガス雰囲気下で所定の温度で3.6ks～18ks行った。

得られた焼結体を密度、硬度測定、組織観察に供し、また摺動面が射出方向に対して垂直および平行となるように焼結体から切り出した2種類の試験片を摩耗試験に供した。Fig.1に、用いた摩耗試験機を模式的に示す。これは、一定速度で回転するドラムに荷重を付した試験片を押し当てるピン・ドラム摩耗試験と称される形式のもので、ドラム材には熱処理を施した炭素鋼S53Cを用い、Table1に示すような条件で摩耗試験を行った。

Table 1 Conditions for the pin - drum type wear test.

Test piece	Pin	Surface roughness : $R_a=0.3\mu\text{m}$ Dimension : $5\times 5\times 20\text{mm}$ End of pin : R6 mm
	Drum	Surface roughness : $R_a=0.3\mu\text{m}$ Diameter : 46 mm Material : S53C as quenched
Rotational speed of drum		1 m/s
Load		545 Pa
Time		50 ks
Lubricating conditions		Lubricating oil : Motor oil (CD10W-30) Oil temperature : 353 K Oil supply : $6.67\times 10^{-6}\text{m}^3/\text{s}$

3 実験結果

3.1 炭素量の制御

MIMプロセスにより焼結合金鋼を作製する場合、脱バインダや焼結過程において、バインダの分解により生じた炭素の鉄粉末中への浸炭や、炉内の還元雰囲気および成形体に残存している酸素による脱炭などのため、焼結後の炭素量は著しく変化することはよく知られている²⁻⁵⁾。炭素量制御の一方法として、とくに脱バインダあるいは焼結時の雰囲気を調整することで、かなり正確な炭素量が得られることは前報⁶⁾でも指摘したとおりである。

本鋼種はSCM440組成（合金鉄粉末には約0.4mass%の炭素が含有）であることから、焼結後の目標炭素量を0.4mass%として、まず従来通りの方法⁶⁾で炭素量の制御を試みた。すなわち、溶媒抽出後の加熱揮散（ 0.067K/s で1173Kまで昇温）時の雰囲気に H_2 と N_2 を種々の割合で混合したガスを使用し、10% H_2/N_2 混合ガス中1398～1623Kで3.6ksの焼結を施した。結果は省略するが、いずれの脱バインダ雰囲気においても、その焼結後の炭素量（約0.3mass%）は目標値の0.4mass%には達しておらず、また焼結密度も相対密度で最高91%とMIM材としては不十分な値であった。この炭素量低下の原因は、主に原料粉末中に約0.1mass%の酸素が含まれていたことから、 $\text{C}+\text{O}\rightarrow\text{CO}$ 反応により脱炭が生じたためである。

Fig. 2 Effect of sintering time on the carbon retention and relative density of injection molded SCM 440 steels debound in 5% CO/H_2 and sintered at 1623K in N_2 .

Photo. 1 Microstructures of injection molded SCM 440 steel a) and SCM 440 steel added 3mass%TiN b), sintered at 1623K in N_2 for 18ks.

そこで、次に脱バインダ雰囲気中に浸炭能力の強いCOガスを用い、さらに加熱揮散と焼結を同一炉で連続的に行うプロセス⁷⁾により炭素量の制御を行った。とくに脱バインダ雰囲気中に5%CO/ H_2 混合ガスを用い、10% H_2 / N_2 混合ガス雰囲気中で1623Kの焼結を施した場合、その残存炭素量は0.43mass%と良好な値を示した。ただ組織観察の結果、試料中心部はフェライトと微細パーライトが混在した組織であったが、表層部に近づくにつれて徐々に微細パーライトが減少しており、焼結時の H_2 による脱炭反応により不均質な組織を呈していた。このため、焼結雰囲気には不活性ガスである N_2 ガスを用いて、焼結時間を変えた場合の炭素量と密度を調べてみた。得られた結果をFig.2に示す。焼結時間が長くなるにつれ、残存炭素量は低下するものの、いずれも0.4mass%を上回る値が得られており、密度も94%以上の高い値が得られた。またPhoto.1 (a) に示すように、中心部および表層部ともに差異のない均質なフェライトと微細パーライトの混合組織であった。いずれにしても、密度ならびに炭素量を考慮すると、18ks焼結材が最も良好であったことから、以後の実験では本条件のものを採用した。なお、同様の連続プロ

セス条件を3mass%TiN添加材にも適用した結果、SCM440のみの焼結材と同程度の密度ならびに炭素量を示し、組織も均質なものが得られた (Photo.1 (b))。

得られた両焼結材における気孔組織やTiN粉末粒子の分布状態の調査結果をPhoto.2と3に示す。この場合、Fig.3に示すように射出方向に垂直な面と平行な面について観察を行った。Photo.2は、SCM440焼結材における各部の気孔組織を示したものである。いずれの箇所においてもMIMプロセス特有の微細でかつ球状の気孔が均一に分布しており、射出方向による強い異方性は観察されなかった。また、Photo.3にEPMAによるTiN粉末粒子の分布状態の一例を示すが、先の気孔分布と同様、各部における異方性は観察されなかった。す

Fig. 3 Schematic drawings of cutting faces for the microstructural observation.

Photo. 2 Distribution of the pores in the cutting faces as shown in Fig. 3.

Photo. 3 Secondary electron and characteristic X-ray images of sintered SCM 440 steel added 3mass%TiN.

なわち、混練が十分になされ、かつ成形体の形状が極めて単純な直方体であったことから、気孔やTiN粉末粒子の分散に異方性は生じなかったものと思われる。

3.2 摺動特性

次に、上記両試料の摺動特性を調査した。この場合、念のために射出の方向による影響を調査するために、摺動面が射出方向に対して垂直および平行となるように、焼結材より試験片を取り出し、摩耗試験に供した。

Photo.4に、摩耗試験後のTiN無添加材と添加材のピンおよびドラムの外観写真を示す。両者のピン表面は摩耗により削られているが、とくにTiN粉末を3mass%添加したもの（Photo.4a）では、無

添加材（Photo.4b）に比べ摩耗部の面積が明らかに小さいことがわかる。この摩耗幅から摩耗損失量を算出した結果を、Fig.4に示す。両者ともに、射出方向に垂直な面とそれに平行な面での摺動特性の違いはないようである。なお、比較材として用いた溶製材における垂直および平行方向とは圧延方向に対してのものであるが、わずかに差異が生じている。これについては、今のところ圧延組織による影響と考えているが、その詳細については定かではない。ところで、MIM材は気孔が残存しているにもかかわらず、溶製材と同程度の値を示しており、さらに3mass%のTiN粉末を添加するだけで摩耗量は約1/20と大幅に減少し、耐摩耗性が飛躍的に向上していることがわかる。なお、摺動材料においては材料自身の耐摩耗性も重要であるが、相手材への影響も無視することはできない。Photo.4において、TiN添加材が接触したドラム表面には、無添加材に比べかなりの線状痕らしきも

Photo. 4 Appearances of the drum and pin after wear test.

Fig. 4 Amount of wear loss for the materials produced by several processes.

Photo. 5 Secondary electron images of sliding surfaces for the drum and test pieces after wear test.

のが見受けられたので、SEMによる表面観察を行った。その結果をPhoto.5に示すが、両者において外観によるような違いは現れておらず、念のため表面粗さを測定した結果においても両者に差異はなかった。これより、TiN添加材は相手材を損傷させることなく、優れた耐摩耗性を示すと言える。なお、TiN無添加材の摺動面上の気孔はつぶれた状態であったが、TiN添加材では摩耗試験前と同様な形で気孔が観察され、基地の塑性流動は極めて少ない状態であった。このことは、摺動面が硬質のTiN粉末粒子を介してドラムと接触しているため、基地が保護されていたことを示唆しており、摩耗試験後のEPMAによる調査でも、TiN粉末粒子は均一に残存しており、摺動時の脱落も極めて少ないものと思われる。

次に、従来のプレス成形法においても硬質粒子を添加、分散させた耐摩耗材が実用化されていることから、比較の意味で同組成のプレス成形材（3mass%TiN添加）を作製し、その摺動特性を調査した。結果はFig.4に併示しているように、かなりの耐摩耗性が得られたが、先のMIM材ほどの著しいものではなかった。これに関しては、両者の耐摩耗性について組織学的観点より考察を加えると、以下になる。

Fig.5は、摺動時における両材料のドラムとの接触状況を模式的に示したものである。MIM材で

Fig. 5 Schematic drawings of wear mechanism for the compacts produced by MIM and conventional P/M processes.

は、TiN粉末は微細な金属粉末とともにバインダにより十分混練されているため、個々のTiN粉末粒子が金属粉末によって堅固に囲まれており（Photo.6a）、しかも表面に均一に分布した硬質

Photo. 6 Secondary electron and characteristic X-ray images of SCM 440 steel added 3mass%TiN, produced by MIM a) and conventional P/M b) processes.

のTiN粉末粒子を介して接触が生じるため、基地の摩耗が抑制されたものと思われる。一方、プレス成形材では、MIMプロセスに用いる粉末に比べてかなり粗大な金属粉末（平均粒径、 $83\mu\text{m}$ ）を用いるため、Photo.6 b)にも示すように旧金属粉末粒子間に微細なTiN粉末が凝集することになる。しかもTiNは、通常の鉄系焼結材で用いられる焼結温度では焼結が開始しないことから、粒子同士の結合も弱く、摺動時においては脱落し易く、このためMIM材ほどの飛躍的な耐摩耗性の向上は得られなかったものと思われる。なお、この点に関して、脱落した硬質粒子は研磨粉のような役割を果たすことから、さらに摩耗を増大させるという悪影響も懸念されたが、その程度は小さいようであった。

4 結 言

MIMプロセスによる高性能な鉄系摺動材料（SCM440鋼種）の開発を目的に、TiN硬質粉末粒子の添加ならびにその分散状況が及ぼす摺動特性の影響について調査検討した結果、以下のようなことがわかった。

1時間程度の焼結では本系粉末の焼結性はさほど良好ではなかったことから、脱バインダと焼結を続けて行う連続プロセスの適用および長時間焼結により、相対密度95%程度の試料を作製することができた。なお、脱バインダ雰囲気として浸炭性のCOガスを用いることで、目標の炭素量（0.4mass%）を得ることもできた。焼結体の組織は、フェライトおよび微細パーライトからなる2相混合組織であり、射出方向に対する気孔やTiN

粉末粒子の分布に関する異方性あるいは偏析等は観察されなかった。したがって、ビン・ドラム式による摩耗試験の結果においても、射出方向に垂直な面と平行な面での違いは現れなかった。いずれにせよ、MIM材においては気孔が残存するにもかかわらず、その摩耗量は溶製材とほぼ同程度の値を示し、しかも3mass%のTiN粉末を添加するだけで、飛躍的に耐摩耗性を改善できることがわかった。この原因としては、TiN粉末粒子と母材の密接な結合により良好な流体潤滑が生じたためと考えられ、本プロセスの形状付与および量産性という特長を考慮すると、自動車焼結部品としての摺動材料への本プロセスの適用は極めて有効であると言える。

5 文 献

- 1) 例えば R. M. German : Powder Injection Molding, MPIF, Princeton, NJ, (1990).
- 2) S.T.Lin and R.M.German : Metall. TransactionsA, **21A**, (1990) 2531.
- 3) 地主弘幸, 京極秀樹, 篠原和充, 岡本作治 : 粉体および粉末冶金, **42** (1995) 357.
- 4) 富田正一 : 粉体および粉末冶金, **42** (1995) 402.
- 5) 中山英樹, 戸田拓夫, 京極秀樹, 小松眞一郎 : 粉体および粉末冶金, **43** (1996) 368.
- 6) 三浦秀士, 本田忠敏, R. M. German : 粉体および粉末冶金, **38** (1991) 767.
- 7) 三浦秀士, 山西祐司, 安藤新二, 本田忠敏 : 粉体および粉末冶金, **41** (1994) 1067.