研 究

MIM プロセス条件が SUS630 焼結体の組織と機械的性質に及ぼす影響

中山 英樹^{☆1}, 京極 秀樹^{☆2}, 小松眞一郎^{☆2}^{☆1} キングインベスト(株), 〒720 福山市御幸町中津原1812. ^{☆2} 近畿大学工学部機械システム工学科, 〒739-21 東広島市高屋うめの辺1.

Effect of MIM Process Conditions on Microstructure and Mechanical Properties of Sintered SUS630 Compacts

Hideki Nakayama^{☆1}, Hideki Kyogoku^{☆2} and Shinichiro Komatsu^{☆2}^{☆1} King Invest Co., Ltd., 1812 Nakatsuhara Miyuki-cho, Fukuyama 720. ^{☆2} Dept. Mech. Sys., Fac. Eng., Kinki University, 1 Takayaumenobe, Higashihiroshima 739-21.

Received July 24, 1997

SYNOPSIS

The effect of process conditions on the microstructure and mechanical properties of SUS630 compacts made by metal injection molding were investigated. The compacts were made by injecting the mixture of gas-atomized SUS630 powder and polyamide binder into a metallic mold. The compacts were debound in air at 513K, 553K and 593K for 7.2ks, and sintered in vacuum at 1523K, 1573K and 1623K for 7.2ks. The carbon content of the sintered compacts was found to be controlled accurately by the debinding temperature. The microstructures of the sintered compacts varied with carbon content: they consisted of martensite and δ -ferrite at lower carbon content, and of martensite and austenite at higher carbon content. The mechanical properties also changed significantly with the carbon content.

KEY WORDS

Metal Injection Molding, Debinding, Sintering, SUS630, Microstructure, Mechanical Properties

1 緒 言

金属粉末射出成形法 (MIM) では, 金属粉末とバインダを混合・混練し金型に射出成形を行い, バインダを除去し焼結するプロセスである. このプロセスでは, 三次元的な複雑形状部品が精度良く製造できるとともに, 高密度・高強度の焼結体を得ることができる.

ステンレス鋼粉を用いたMIMに関しては, オーステナイト系 (SUS304L) について著書^{1,2)}をはじめとして多くの研究がなされており, 製造条件と組織および機械的性質の関係などについて報告されている. 析出硬化型 SUS630 は耐食性と高強度を兼ね備えた材料として生体用, 自動車用, 航空機用部品など構造用部材として幅広く適用されているが, MIMにより難削材の本鋼種を最終形状に近い製品にできれば一層の応用が期待できる. これに関しては, Zhangら³⁾や馬場ら⁴⁾に

より, ワックス系バインダを用いた場合の脱バインダ条件, 焼結条件および熱処理条件などの製造条件についての報告はなされているが, バインダの種類や脱バインダ方法が異なる場合についてはよく知られていない. とくにMIMにおいては, 脱バインダ方法によっては残留炭素の挙動が異なり焼結体の組織にも大きな影響を及ぼすため, 脱バインダ条件について十分検討しておくことが重要である.

本研究では, SUS630 ガスアトマイズ粉末およびポリアミド系バインダを用いて, MIMにより焼結体を作製する際に重要な脱バインダ条件 (大気下) および焼結条件が焼結体の組織および機械的性質に及ぼす影響について調査した.

2 試料および実験方法

2.1 試験片作製方法

原料粉末には SUS630 のガスアトマイズ粉末を用いた。Table 1 に粉末の化学組成を示し、Table 2 に粉末の諸特性を示す。この粉末をポリアミド系バインダと体積比 69:31 の割合で混合・混練し、射出成形機により Fig.1 に示す引張試験片を成形した。その後、大気中において脱バインダ温度 513K、553K および 593K で、保持時間 7.2ks の脱バインダを行った。焼結は真空焼結炉を用いて、真空度 10^{-3} Pa で焼結温度 1523K、1573K および 1623K、保持時間 7.2ks で行い、引張試験片を作製した。

2.2 試験方法

試験方法としては、焼結体の密度はアルキメデス法により測定した。また、組織観察は 10% しょう酸液中で電解エッチングした後、光学顕微鏡および走査電子顕微鏡により観察および定性分析を行った。さらに X 線回析による構成相の同定を行った。また、脱バインダ体および焼結体の炭素量の変化を調べるために、赤外線吸収法により分析を行った。機械的性質は、インストロン引張試験機を用いて引張試験により求めた。

Table 1 Chemical composition of SUS630 powder.

Chemical Composition (mass%)								
C	Si	Mn	P	Cr	Ni	Cu	Nb	Fe
0.03	0.35	0.10	0.01	16.0	4.0	3.9	0.21	Bal

Table 2 Characteristics of SUS630 powder.

Screen analysis (%)				Mean particle size	Tap density (Mg/m ³)
0/11	11/22	22/31	31/ μ m		
49.2	43.9	6.5	0.4	11.2 μ m	4.18

Fig.1 Dimension of a injection molded compact for tensile test.

3 実験結果および考察

3.1 脱バインダ温度による組織の影響

ステンレス鋼は一般的に Schaeffler 状態図によれば、Ni 当量と Cr 当量により組織が変化する⁹⁾。Ni 当量に大きな影響を及ぼす元素として炭素がある。MIM の場合、多量のバインダを用いるため炭素量の制御が重要なポイントになると考えられる。このため、まず脱バインダ温度の変化により炭素量がどのように変化するかを調べた。なお、ポリアミド系バインダを用いた大気中での脱バインダによる炭素量の変化は、4340 合金の場合では脱バインダ温度と脱バインダ体および焼結体の炭素量が直線関係にあることから、焼結体の炭素量を精度良く制御できることが以前の実験でわかっている⁹⁾。Fig.2 に焼結温度 1573K での脱バインダ温度による脱バインダ体および焼結体の炭素量の変化を示す。これからわかるように、脱バインダ体および焼結体の炭素量は脱バインダ温度とほぼ直線関係を示している。つまり、本鋼種においてもポリアミド系バインダを使用する限り、大気中の脱バインダ温度により精度良く炭素量を制御できることがわかった。また、脱バインダ体と焼結体とでは脱バインダ温度が高くなるに従い炭素量の差が小さくなった。これは、脱バインダ時に残存するバインダの形態が変化したためではないかと考えられる。

Fig.2 Effect of debinding temperature on the carbon content of debound and sintered compacts.

Photo.1 に焼結温度 1573K での脱バインダ温度に対する組織の変化を示す。また、焼結温度 1573K での脱バインダ温度に対する X 線回析結果を Fig.3 に示す。まず X 線回析結果によれば、脱バインダ温度 513K と 553K の焼結体では α' (マルテンサイト) 相と γ (オーステナイト) 相の混合となっており、脱バインダ温度 593K のものでは α' 相のみであった。一方、組織観察

Photo.1 Microstructures of the sintered compacts at 1573K for various debinding temperatures.

によれば、脱バインダ温度 513K と 553K のものでは、やはり α' 相に γ 相が出現しているが、脱バインダ温度 593K のものにおいても 2 相の存在が確認された。そこで、Fig.4 に脱バインダ温度 593K の焼結体の SEM 観察および定性分析結果を示す。A 部と B 部での Cr 量を比較すると B 部の方が Cr を多く含有しており、Cu や Ni は A 部の方が多く含有していることがわかる。Cr はフェライト生成元素であり、Ni および Cu はオーステナイト生成元素である。これらの結果と Schaeffler 状態図より、脱バインダ温度 593K の焼結体には低炭素マルテンサイトと δ -フェライトが出現していると考えら

Fig.3 X-ray diffraction patterns of the sintered compacts for various debinding temperatures.

(a) SEM micrograph.

(b) X-ray dispersive analysis at Portion A.

(c) X-ray dispersive analysis at Portion B.

Fig.4 X-ray dispersive analysis of the sintered compact debound at 513K.

れる。このような組織変化は脱バインダ温度による炭素量の変化に対応しており、脱バインダ温度が高くなるに従い炭素量が低下、すなわち Ni 当量が低下することで、組織がマルテンサイトと残留オーステナイトの混合組織から低炭素マルテンサイトと δ -フェライトの混合組織に変化したと考えられる。

3.2 脱バインダ温度による密度の影響

Fig.5 に脱バインダ温度および焼結温度に対する焼結密度の変化を示す。いずれの脱バインダ温度でも焼結温度が高くなるに従い焼結密度が上昇した。焼結温度 1623K で脱バインダ温度 593K では最大 98.7% の値を得られた。また、脱バインダが焼結密度に及ぼす影響をみると、焼結温度 1523K で 513K のものがわずかに低い値となっているが、593K、513K、553K の順で焼結密度が高くなっていることがわかる。このように焼結

密度が脱バインダ温度の影響を受けるのは、上述したように脱バインダ温度により組織が大きく変化するためと考えられる。

Fig.5 Effect of sintering temperature on the relative density of sintered compacts debound at various temperatures.

3.3 脱バインダ温度による機械的性質の影響

SUS630は溶体化熱処理によりマトリックスをマルテンサイトに変態させ、時効硬化熱処理によりCuを微細に析出させて強度向上を図る鋼種である。この特性を生かすためには焼結体自体の機械的性質を向上させておく必要がある。

焼結温度1573Kでの脱バインダ温度に対する引張強度と0.2%耐力の変化をFig.6に示す。脱バインダ温度553Kの焼結体で、引張強度および耐力が最低値を示した。脱バインダ温度、すなわち炭素量の変化により焼結体の組織は大きく変化する。脱バインダ温度513Kと553Kのものでは残留オーステナイトとマルテンサイトの混合組織になり、脱バインダ温度593Kのものでは δ -フェライトと低炭素マルテンサイトの混合組織

Fig.6 Effect of debinding temperature on the tensile properties of sintered compacts.

Fig.7 Effect of debinding temperature on the elongation of sintered compacts.

であった。この組織変化から考えると、 δ -フェライトと低炭素マルテンサイトの組織では δ -フェライトが非常に変形しにくい組織であるため、脱バインダ温度593Kのものでは耐力が上昇したと考えられる。一方、残留オーステナイトとマルテンサイトの組織では脱バインダ温度の低下に従い引張強度と耐力は上昇しているが、脱バインダ温度513Kと553Kの焼結体での炭素分析結果より脱バインダ温度513Kのものでは炭素量が多い。マトリックス中に炭素を多く固溶しているため、耐力と引張強度が上昇したと考えられる。

Fig.7に脱バインダ温度に対する伸びの変化を示す。引張強度および耐力の挙動とは反対に、脱バインダ温度553Kの焼結体の伸びが最大で11%程度の値を示した。伸びの結果も引張強度と耐力と同様に脱バインダ温度により炭素量が変化することから、組織が変化し、上記結果を示したと考えられる。

Fig.8に脱バインダ温度による硬さの変化を示す。引張強度の変化によく対応しており、硬さの変化も脱バ

Fig.8 Effect of debinding temperature on the hardness of sintered compacts.

インダ温度による炭素量の変化および組織変化の影響を受けたと考えられる。

本鋼種は一般的には低炭素の鋼種であるため、脱バインダ温度 593K の焼結体がそれに相当するが、焼結温度 1573K で焼結した焼結体では引張強度 850MPa 程度、伸び 10% 程度の値を得ることができた。

4 ま と め

本研究では、SUS630 粉末を用いて MIM により焼結体を作製する際に重要な脱バインダ条件および焼結条件が焼結体の組織および機械的性質に及ぼす影響について調べた。得られた結果はつぎのとおりである。

(1) 本実験で用いたバインダでは、脱バインダ温度（大気下）と焼結（真空下）後の炭素量が直線関係を示した。このため脱バインダ温度を制御することで炭素量を正確に制御できることがわかった。

(2) 焼結体の組織は、脱バインダ温度すなわち炭素量により大きく変化し、炭素量が高い場合にはオーステナ

イトとマルテンサイト、炭素量が非常に低い場合には低炭素マルテンサイトと δ -フェライトが出現した。

(3) 引張強度や伸びなどの機械的性質も、脱バインダ温度すなわち組織により大きく変化した。

文 献

- 1) 中山英樹, 山上勝義, 京極秀樹, 小松眞一郎: 粉体および粉末冶金, 44 (1997) 427.
- 2) 京極秀樹, 篠原和充, 瀬尾俊弘, 今村拓夫, 津田正夫: 日本金属学会誌, 56 (1992) 107.
- 3) H.Zhang, R.M.German: Powder Injection Molding Symposium 1992, (1992) 219, MPLF.
- 4) 馬場剛治, 三浦秀士, 本田忠敏, 徳山幸夫: 粉体および粉末冶金, 42 (1995) 1119.
- 5) 伊藤五郎編: ステンレス鋼便覧, 日刊工業新聞社, (1995) 486.
- 6) 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.