研 究

新しい射出成形法 - QSP による機械構造用焼結低合金鋼の諸特性

三浦 秀士^{☆1}, 江良 尚彦^{☆2}, 加藤 欽之^{☆3}, 阿保 秀雄^{☆3}

^{☆1}熊本大学工学部知能生産システム工学科, 〒860-8555 熊本市黒髪 2-39-1. ^{☆2}熊本大学大学院工学研究科, 〒860-8555 熊本市黒髪 2-39-1. ^{☆3}大平洋金属㈱, 〒100-0004 東京都千代田区大手町 6-1-6.

Properties of Machine Structural Sintered Low Alloy Steels by New Injection Molding Process - Quick Set Process

Hideshi Miura^{☆1}, Naohiko Era^{☆2}, Yoshiyuki Kato^{☆3} and Hideo Abo^{☆3}

^{☆2}Dept. Mech. Eng. & Materials Sci., Kumamoto University, 2-39-1 Kurokami, Kumamoto 860-8555.

^{☆2}Graduate School, Kumamoto University, 2-39-1 Kurokami, Kumamoto 860-8555.

^{☆3}Pacific Metals Co., Ltd., 6-1-6 Otemachi Chiyoda-ku, Tokyo 100-0004.

Received July 28, 1999

SYNOPSIS

Metal Injection Molding (MIM) process is a manufacturing route for mass-production of high density, high-performance, and near net-shaped metal components. However, MIM processes have been still limited in the size of the components. A Quickset process (QSP) has been invented as one of solutions for the issue. A feature of QSP is the manufacturing of large size parts that can not be made by the usual MIM processes based on a thermoplastic binder system. Although assessment of the properties such as strength are important to design the reliable machine structural parts, there are few reports about the properties of the materials produced by QSP at the present time.

In this study, the behavior of properties (relative density, hardness, tensile and fatigue strength) for machine structural low alloy steels produced by QSP have been investigated. The tensile strength of QSP alloy steels were equivalent to those of MIM alloy steels. However the fatigue strength of QSP alloy steel was relatively low, because of the coarse pores due to the segregation of binder occurred at water freeze injection molding step.

KEY WORDS

quickset process, water freeze injection molding, machine structural low alloy steel, mechanical properties

1 緒 言

金属粉末射出成形(MIM)法によれば、焼結性が良好な微粉末とバインダを加熱混練することで流動性を付与し、三次元的に複雑な形状の高密度焼結体を作製することが可能である。ただ、本法では、射出成形後、すなわち焼結前までにバインダを除去する脱バインダ工程を必要とし、その際バインダの熱分解ガスの排出経路を確保する必要があることから大型、あるいは肉厚の部品作製は困難であり、小型の精密部品に限定されているのが現状である。そこで、この種の欠点を補うべく開発されたものにクイックセットプロセス(QSP)があるが、それによればバインダの主成分が水であり、水分の昇華を基本とした脱バインダを行うため、セラミックス材料を中心に約1000g程度の大型複雑形状の高密度焼結体を作製することが可能であると報告¹⁾されている。しかし、QSPを金属粉末に適用した例²⁾は極めて少なく、今後の対象鋼種の拡大という意味では種々の材料についての調査が必要である。

本研究では、量産性という観点から機械構造用低合金鋼を対象鋼種とし、本鋼種に及ぼすQSPのプロセス因子の影響およびQSP材の各種特性について調査し、従来の射出成形法によるMIM材との比較検討も行った。

2 実験方法

QSP用の原料粉末には、Table1, 2に示すような粉末特性が異なる2種類(H, L)の水アトマイズSCM415合金鋼粉末を用いた。バインダには水を主成分とするバインダ(保形性のための若干の有機添加剤混入)を使用し、まず金属粉末とバインダをそれぞれ体積比52:48で調合し、常温で混練した後、凍結射出成形機により凍結成形体を作製した。成形体は水の三重点以下の温度ならびに圧力で、水分のみを直接昇華させるための真空乾燥を施した。続いて窒素雰囲気中、加熱脱脂により有機添加剤を揮散させ、焼結は真空雰囲気中1623Kの温度で種々の時間(0.06~10.8ks)行った。得られた焼結試料(丸棒状:

Table 1 Chemical compositions and characteristics of powders used in this study.

(mass%)	Cr	Mn	Mo	C	O	Mean Particle size (μm)	Tap density (Mg/m^3)
Powder H	1.00	0.73	0.22	0.31	0.42	10.0	4.78
Powder L	0.98	0.60	0.23	0.17	0.48	7.84	4.27

Table 2 Particle size distributions of powders used in this study.

Particle size	+30 μm	30~20 μm	20~10 μm	-10 μm
Powder H (mass%)	4.2	13.1	33.1	49.6
Powder L (mass%)	0.1	3.2	30.6	66.1

Fig.1 Tap density and viscosity of slurry for powder L and H.

Fig.2 Microstructures of sintered QSP compacts using powder L and H.

13.5 ϕ ×113mm)については、引張および疲労試験片に加工後、熱処理あるいは浸炭処理を施して各種試験および組織観察に供した。

MIM材については、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% からなるワックス系バインダを使用し、L粉末とバインダとを体積比 60:40 で調合し、423K で 3.6ks 加熱混練したのち、横型スクリー式射出成形機により回転曲げ疲労試験片を作製した。得られた成形体は、ヘプタン気相中に 353K で 18ks 保持して主にワックス成分を抽出したのち、残りのバインダ成分を 30% H_2/N_2 混合雰囲気中 (873K) で加熱揮散させ、連続プロセスにより同雰囲気中 1623K で 0.06~10.8ks の焼結を施した。得られた焼結体には QSP 材と同様の処理を

施し、各種試験結果は QSP 材との比較検討に用いた。なお、機械的性質の比較を行う際に重要となる炭素量の制御に関しては、それぞれのプロセスに適した方法により、QSP 材では黒鉛添加、MIM 材では雰囲気制御により両焼結体の炭素量を 0.2mass% に正確に制御し、各種試験に供した。

3 実験結果および考察

3.1 粉末特性の影響

まず、QSP 材の作製に適切な粉末特性を把握するため、Table1 に示した 2 種類の粉末について検討した。両者ともに丸味を帯びた擬球状粉末であるが、平均粒径が若干異なるため、例えば粒径が小さな粉末では混練物の流動性に影響を及ぼすタップ密度は低くなっている(以後、タップ密度の高い粉

末をH粉末, 低い粉末をL粉末と区別して表現する). Fig.1に両粉末のタップ密度と混練物の粘性の関係を, またFig.2には得られた焼結体の気孔組織を示す. タップ密度の高いH粉末を使用した場合には, L粉末を使用した場合に比べ混練物の粘性は低く, また焼結体中の気孔組織には粉末粒子間に形成される気孔とは趣の異なるかなり大きな空隙が残存していた. 両粉末におけるこのような気孔組織の違いには混練物の粘性が影響していると考えられたことから, 真空乾燥後の試料内部についても組織観察を行った. Fig.3にその結果を示すが, H粉末で作製された成形体中にはすでに粗大な空隙が残存しており, L粉末の場合にも小さいながらも空隙が観察された. このような空隙は焼結を施しても消失せず, 最終的には両者の気孔組織に差異が生じたと考えられる. その場合, 混練物の粘性が低いと, バインダと粉末の分離が生じ易くなり, バインダの偏析した部分が形成される. その偏析部は, 真空乾燥工程で脱ガス化し, Fig.3に示したような空隙が真空乾燥試料中に残存したものと考えられる. よって, QSP用の混練物に要求される粉末特性としては, 粉末とバインダが分離しやすいので, それを少しでも抑制するため粉末粒子間の摩擦が大きな, すなわちタップ密度の低い粉末を用いることで粗大な空隙の発生をある程度抑制できたと言えよう.

3.2 相対密度の検討

L粉末を用いたQSPおよびMIM両焼結体の焼結保持時間に対する相対密度をFig.4に, また10.8ks焼結体の気孔組織をFig.5に示す. 焼結温度が1623Kに達した時点(60s)では, 両焼結体において約3%の密度差が生じているが, QSP材におい

てはMIM材に比べて混練物中の粉末割合が低かったため, このような密度差が生じたと考えられる. ただ保持時間が長くなれば, その密度差も小さくなり, 保持時間10.8ksではほぼ同程度の相対密度の焼結体を得られた. しかし, それらの気孔組織においては若干様相が異なっており, MIM材では微細な球状気孔が均一に分布しているのに対して, QSP材ではその大きさ, 分布ともに均一性に欠けていた.

ところでQSP材の緻密化の挙動に関しては, 酸化物の還元作用が大きく寄与²⁾していると考えられたことから, プロセス中の炭素, 酸素含有量の変化を調査してみた. Fig.6に結果

Fig.4 Relation between relative density and sintering time for QSP and MIM compacts.

Fig.3 Microstructures of vacuum dried QSP compacts using powder L and H.

Fig.5 Microstructures of sintered QSP and MIM compacts.

を示すが、混練、真空乾燥、加熱脱脂の各試料中の炭素および酸素の含有量については、バインダ量と酸化の程度に応じた結果を示しているものと思われる。加熱脱脂から焼結にかけては炭素量の低下に比べて酸素量の低下が著しい傾向を示しているが、焼結工程での雰囲気は真空であり、真空雰囲気中での酸化物の還元反応に良く対応していることから、加熱脱脂後に適量の炭素、酸素が存在したことで還元反応が促進し、密度が上昇したと考えられる³⁾。なおQSP材とMIM材において、最終的にほぼ同一の焼結密度が得られたことについては、焼結後の酸素含有量に大差なかったことから、QSP

での水バインダ使用による酸化はさほど問題にする必要はないことを示唆しているものと思われる。

3.3 機械的性質の検討

QSP材とMIM材では同一焼結密度であっても気孔組織に差異があることから、両プロセス材の機械的性質についても評価を行った。焼結体をアルゴン雰囲気中1173Kで1.8ksの溶体化後油焼入れし、ついで473Kで3.6ksの焼もどしを施した試料の機械試験結果をFig.7, 8に示す。引張および疲労強度ともに、微細かつ独立球状の気孔が均一に分布したMIM材で若干高い値が得られた。ところで、QSP材について疲労試験後の破面を観察したところ、Fig.9に示すように表層部に粗大な気孔が残存している試料もあり、このことは疲労き裂が発生し

Fig.6 Change of carbon and oxygen contents of QSP compact.

Fig.8 Fatigue properties of QSP and MIM compacts.

Fig.7 Tensile properties of QSP and MIM compacts.

Fig.9 SEM image of fatigue fractured surface of QSP compact.

Fig.10 Hardness distribution from the surfaces of carburized and tempered QSP and MIM compacts.

Fig.11 Relation between tensile and fatigue strength for QSP and MIM compacts.

やすい状態であることを意味していることから、特に疲労強度には気孔組織の違いが大きく反映されたものと言える。次に、QSP材およびMIM材に浸炭熱処理を施した場合についても検討した。固体浸炭法(浸炭剤(木炭: 60mass%, BaCO_3 : 30mass%, Na_2CO_3 : 10mass%), 浸炭温度: 1183K, 浸炭時間: 21.6ks)により浸炭したのちアルゴン雰囲気中で一次焼入(1148K $\times$ 1.5ks)および二次焼入(1098K $\times$ 1.2ks)後、焼もどし(473K $\times$ 3.6ks)を施して得られた試料の表層部における硬度プロファイルを図.10に示す。両試料ともに類似の浸炭熱処理特性を示しており、浸炭有効硬化層深さ(550Hv)はQSP, MIM材ともに表層から1mm程度と評価でき、溶製材と同様な浸炭熱処理が可能であった。図.11に熱処理材ならびに浸炭熱処理材の引張と疲労試験結果を示すが、特に浸炭熱処理材の疲労強度においても熱処理材と同様、QSP材の方がMIM材に比べて劣っていた。この点についてもやはりQSP材では不均一な気孔組織が大きく影響したと言えるが、表面層を起点とした破壊を抑制する目的で浸炭を施した効果は顕著に現れており、QSP材, MIM材ともに250MPa程度の向上が見られ、疲労破壊に対する表面硬化はかなり有効であることがわかった。

4 結 言

QSPにより作製した機械構造用焼結低合金鋼の諸特性について調査検討した結果、以下の結論が得られた。

- (1) 原料粉末特性ならびに混練物の粘性の観点から検討した結果、QSPではタップ密度が若干低い粉末を使用することで、相対密度約95%の焼結体を得ることができた。ただ、同一焼結密度のMIM材と比較すると所々に粗大な気孔が残存していた。
- (2) QSPにおいては、水バインダ使用による酸化の焼結に及ぼす影響が懸念されたが、真空雰囲気下でのCO生成反応をうまく利用することで還元でき、焼結による緻密化は十分に進行した。
- (3) QSP材の静的破壊強度はMIM材に匹敵する結果が得られたが、動的破壊強度においては粗大気孔の残存によりMIM材に比べ劣っていた。

文 献

- 1) C.Quichaud: "The quickset process", Proceedings of Powder Metallurgy 94 World Congress, EPMA, 2(1994)1101-1104.
- 2) 林, 木原, 林: "炭素粉添加によるカーボニル鉄微粉の...", 日本金属学会誌, 57(1993)289-295.
- 3) 杉山, 村田, 天野, 和出, 木村: "射出成形した SUS304L ステンレス鋼の...", 粉体および粉末冶金, 44(1997)416-421.