高性能焼結合金鋼の金属粉末射出成形法による作製

三 浦 秀 士*

1. は じ め に

金属粉末射出成形法(MIM)は図1⁽¹⁾に示すように、まず金属粉末とバインダとなる有機系の結合剤、可塑剤および潤滑剤とを加熱混練し、所望の形状を有する金型に射出成形後、脱バインダならびに焼結を施すもので、小型の複雑形状部品を大量に生産できるために新しい金属加工法の1つとして近年、脚光を浴びている。本法は1972年に実用化されたR. E. Wiech Jr. のウィテック・プロセス(Witec Process)に代表されるように、アメリカで開発され発達し

図1 MIMプロセスの工程概略図⁽¹⁾。

たものであるが、日本では1987年頃から本格的な生産が開始されており、量産技術として展開し始めたのはごく最近のことである。したがって、量産・応用技術をはじめとして各種のデータや規格などがいまだ不十分ではあるが、本技術に対する各業界の注目度や新材料の加工法としての位置付けを考慮すると、その技術的な価値はかなり高いものと考えられている⁽²⁾。

例えば従来の粉末冶金法、すなわちプレス型を用いた粉末圧縮成形法は素材製造分野のみならず、自動車用部品をはじめとして家電製品や事務機用の部品分野の製造まで広がっており、焼結部品の需要は1955年以降現在まで順調に伸びている⁽³⁾。しかし、部品という観点からプレス成形による焼結部品を見れば、形状と密度という点で必ずしも十分であるとは言い難い。形状の例としては、金型を用いてプレス成形を行うことから3次元の高度な複雑形状品や直交する穴、アンダーカットのあるものなどは極めて作製困難である。また、密度の点でも焼結部品中には宿命的に気孔が残存するので、溶製部品に比較して一般に機械的性質や物理・化学的性質にも劣る。真密度に近い焼結部品の製造法としてHIP(Hot Isostatic Pressing)や粉末鍛造などもあるが、いずれも設備・経済的な問題がある。また微細粉末を用いることでかなりの高密度のものも得られるが、プレス成形の場合、微粉になるほど圧縮性の低下や金型のかじりが生じるなどの問題もある。

以上のような背景から、粉末冶金においては高いNear Net Shape(ほぼ最終形状)と高密度化を両立させるような成形技術が長年望まれてきたわけであるが⁽³⁾、これらを一気に解決できる方法がMIMであり、注目すべき技術と言えるであろう。MIMの原理やプロセス上の諸問題については、これまでも幾つかの刊行書⁽⁴⁾⁽⁵⁾や解説文⁽⁶⁾⁻⁽⁸⁾などで詳細に説明されているので、ここでは割愛することにして、MIMのこれから発展に関し重要な課題の1つである用途開拓の点について若干触れてみたい。MIMの用途はとくに限定されたものではないが、現状では10g以下の小物品が主な対象で、自動車や一般機械部品、電子・磁気部品、OA関連ならびに生体医療機器などの多岐にわたる分野で用途開発が行われている。ただ、対象材質はステンレス、磁性合金、高速度鋼、高炭素Co合金、Ti合金、超硬合金、サーメット、繊維強化型合金などのような特性面を重視したかなり付加価値の高い材料が多く、量産

* 熊本大学助教授；工学部材料開発工学科
Fabrication of High Performance Sintered Alloy Steels by Metal Injection Molding; Hideshi Miura (Faculty of Engineering, Kumamoto University, Kumamoto)

Keywords: metal injection molding, high performance, sintered alloy steel, carbon control, solvent debinding, heat treatment, mechanical properties, ceracon process
1992年2月5日受理

型の製品はいまだ少ないようである。やはり MIM の特長を最大限に生かすためには量産型製品を対象とするのが望ましく、その意味で MIM の鉄系市場におけるポテンシャルは非常に大きいと考えられる。しかしながら今のところ鉄系材料では、前述したように Fe-Ni 系⁽⁹⁾⁻⁽¹³⁾やステンレス系⁽¹⁴⁾⁻⁽¹⁶⁾が対象になっているにすぎず、本技術による鋼種拡大が大いに望まれるところである。例えば、MIM によれば冒頭で述べた利点に加え高密度化に伴う優れた材料特性も得られることから、高性能な鉄系機械構造用部品への適用もその 1 つに挙げられよう。

最近、筆者らは上記観点に基づいた MIM による高性能焼結合金鋼の開発と応用に関し、米国の Randall M. German 教授⁽¹⁷⁾(ペンシルバニア州立大学)と共同研究を行っているが、なかでも溶製鋼と同様、材質的に最も影響を及ぼす炭素量や組織(気孔を含む)の制御は高性能な特性を発現させる上で極めて重要な課題⁽¹⁸⁾の 1 つになっている。とくに、それらと密接に関係する脱バインダや焼結プロセス時における雰囲気、温度、時間などの諸条件については十分に把握しておく必要がある。そこで本稿では、高強度の粉末鍛造用鋼種である 4600 鋼組成の合金粉末および混合粉末について、両者の射出成形、脱バインダ、焼結の各特性を検討し、さらに熱処理を施すことで極めて高性能な焼結低合金鋼を作製することができたので、その研究成果⁽¹⁹⁾⁻⁽²²⁾を中心に最近の実験結果を紹介する。

2. 金属粉末射出成形材の作製

原料粉には A4600V 合金鉄粉(ヘガネス製、平均粒径 35.5 μm)と、カーボニル鉄粉(BASF 製、平均粒径 4 μm)と Mn, Ni, Mo などの各種元素粉を均一混合した混合粉の両粉末を用いた。使用した各種粉末の特性を表 1 に示すが、カーボニル鉄粉には 0.89 質量%(以下、たんに%と記す)の炭素が含まれており、ここでは一応、焼結後の最終炭素量は約 0.4% を目標としている。バインダには Wiech⁽²³⁾によって発表されたものを改良したワックス系バインダを使用した。その成分はポリプロピレン(PP)、パラフィンワックス(PW)、カルナウバワックス(CW)およびステアリン酸(SA)から成っており、表 2 に示すよう

表 1 各種粉末の諸特性。

	合金粉末	混 合 粉 末			
		Fe	Ni	Mo	Fe-Mn
製造会社	HOEGANAES	BASF	INCO	GTE	ELKEM
種類	A4600V	OM	4SP	350/325	
平均粒径(μm)	35.5	4.2	8.8	9.7	8.5
粒子形状	擬球状	球状	球状	擬球状	角状
タップ密度(Mg/m^3)	3.78	3.96			

表 2 粉末組成と各種バインダ配合割合。

組成(質量%)		合金粉末	混合粉末
		Mn Ni Mo C O	0.14 1.76 0.56 0.01 0.12
粉末のバインダとの混練比(体積%)		50	60
パラフィンワックス (PW)	48(質量%)	69(質量%)	
カルナウバワックス (CW)	10	10	
ポリプロピレン (PP)	40	20	
ステアリン酸 (SA)	2	1	

な配合割合で両粉末との混練をシグマミキサーにて 403~413 K で 1.8 ks 行ったのち、冷却、粉碎して成形用材料とした。成形は型絞力 216 kN の横型スクリュース式射出成形機(Battenfeld 製)を用いて、射出温度 391 K、射出率 6 cm^3/s (合金粉末)、31 cm^3/s (混合粉末)、金型温度 305 K、冷却時間 10 s の条件で、長さ 70 mm、厚さ 3 mm の小型の引張試験片を作製した。

まず用いる 4600 鋼組成の混合粉末および合金粉末の適切な焼結温度を知るため、両圧粉試料を H_2 雰囲気中 1673 K まで昇温した時の収縮挙動も調べた。その結果を図 2 に示す。前者は 773 K で 1.2 ks の予備焼結を施しているが、823 K 前後から収縮が始まっており、 α 域高温側では混合粉末の主成分であるカーボニル鉄粉の特徴ともいえる著しい収縮が見られる。ちなみに 1573 K に 0.3 ks 保持すると約 20% 収縮し、相対密度としても 93% 程が得られたので、本系混合粉末が良好な焼結性を示すことがわかった。一方、合金粉末の場合、1573 K まで昇温してもさほど収縮せず、1673 K 近傍でようやく大きな収縮が起こったが、相対密度は 81% 程度で前者に比べかなり焼結性に劣っていた。これら収縮挙動の相違は、やはり微粉と粗粉の焼結性の違いに起因しているわけであるが、一応焼結条件としては混合粉末試料の場合 1573 K で、また合金粉末試料では 1673 K で 3.6 ks とすることにした。

図 2 4600 鋼組成の合金および混合粉末の収縮挙動。

3. 脱バインダ法の検討

金属粉末射出成形材の脱バインダ法には、これまでも幾つかの方法が提案され実際に工業化されているものもあるが、大別すると加熱、減圧、加圧、抽出、超臨界ガス法などがある。それらの詳細については種々の解説書⁽⁵⁾⁽⁷⁾に委ねるとして、ここでは脱バインダ法として通常よく用いられる加熱揮散法と、溶剤による抽出と加熱揮散を組合せた方法⁽²⁴⁾の両者を比較・検討した結果を示す。なおこの実験では、混合粉末の成形用材料を型プレス(105 MPa)により円柱試料(高さ 12 mm, 直径 12.7 mm)に作製し、試験に供している。まず加熱揮散法では、 H_2 と CH_4 の混合ガスを用いてわずかに脱炭雰囲気となるよう H_2 量を調節しながら、昇温速度 0.033 K/s で 473 K から 100 K 毎に 3.6 ks ずつ保持し 873 K まで加熱してバインダを除去した。ついで 10% 濃度の H_2 と N_2 の混合ガス中 1473 K で 3.6 ks 焼結した試料の表層部と中央部の光学顕微鏡組織を図 3 に示す。小さな黒い部分は気孔であり、灰色の部分はパーライト組織(P)、基底はベイナイト組織(B)である。これより明らかに試料表層部においてパーライト組織は観察されず、加熱揮散法では均一な焼結組織が得難いことがわかる。一方、溶剤抽出と加熱揮散を組合せた方法は、まず図 4 に示すような装置を用いて成形体をヘプタンの気相中に約 358 K で 18 ks 保持し、PW, CW および SA の各ワックスならびに潤滑剤を抽出したのち、残りのポリプロピレン(PP)を除去するため種々の混合ガス中で加熱する方法である。そこでこの溶剤によるワックス抽出後、20% 濃度の H_2 と N_2 の混合ガスを用いて昇温速度 0.067 K/s で 873 K まで加熱したのち、前記と同一の条件で焼結を施した試料の組織を図 5 に示す。前記試料の炭素量は 1.4% で本試料のそれは 1.0% であるが、試料表層部お

図 4 溶剤抽出法装置概略図(20)。

図 5 溶剤抽出と加熱揮散の組合せ法による脱バインダ後、焼結した混合粉末試料の組織(20)。
B: ベイナイト, P: パーライト。

図 3 加熱揮散法のみによる脱バインダ後、焼結した混合粉末試料の組織(20)。
B: ベイナイト, P: パーライト。

よび中央部の両組織に差異は見られず、表層部においてもパーライト組織が十分に存在しているの、全体的にはかなり均質な組織であることがわかる。しかも、脱バインダの処理時間も加熱揮散法のものに比べてかなり短時間で済む点も有利であり、以下、本法を採用して実験を行っている。

4. 炭素量の制御

さて我々の研究の主な目的の1つは焼結試料中に残存する炭素量の制御であるが、これには脱バインダ時の雰囲気最が最も影響を及ぼすと考えられたので、溶剤によるワックス抽出後の加熱揮散時の雰囲気として種々の H_2 濃度の異なる N_2 との混合ガスを用い、脱バインダ後の試料の炭

図6 溶剤抽出後の加熱揮散時雰囲気による残存炭素量の変化⁽²⁰⁾(型プレス材)。

素分析を行った。その結果を図6に示す。図中に破線で示しているように、本実験では元々炭素濃度の高いカーボニル鉄粉(0.89%C)を使用しているが、まず純 N_2 雰囲気下では約0.2%程度の炭素量の減少が見られ、ついで H_2 濃度の増加とともに炭素量は増加している。そして30% H_2 濃度で最大の炭素量を示し、その後 H_2 濃度の増加とともに急激に炭素量は低下し、50% H_2 濃度以上のものではほとんど炭素は含まれていないことがわかる。このような炭素量の変化は、成形体中の残存 O_2 と大いに関係しているものと思われる。すなわち、低 H_2 濃度雰囲気下では O_2 による脱炭反応が H_2 濃度の増加とともに次第に緩和するため、バインダの加熱分解に伴う炭素の鉄中への浸炭が生じて炭素量が増加したと考えられる。ただ H_2 濃度がさらに増大すると、 H_2 による脱炭反応が大きくなり結果として残存炭素量も減少する。同図中には焼結後の炭素分析結果も併示しているが、焼結雰囲気として10%濃度の H_2 と N_2 の混合ガスを用いていることから、わずかに炭素量も減少しているようである。ところで0.4%Cを最終目標炭素量とした場合、本実験より加熱揮散時の雰囲気としては40%強の H_2 濃度と N_2 との混合ガスを用いればよいことがわかる。

次に、加熱揮散時の脱バインダ処理時間による炭素量の変化を検討するため、上記実験で高い炭素量が得られる20, 30, 40% H_2 濃度の N_2 との混合ガスを用いて873 Kで種々の時間保持した場合の炭素分析も行った。その結果を焼結後の分析結果と合わせて図7に示す。20および30%の H_2 濃度の場合、時間とともにわずかに炭素量は減少するのみで、5.4 ksの保持時間でもさほど大きな炭素量の減少は見られない。これに対し40%の H_2 濃度を用いたものでは、時間とともに炭素量はゆるやかに低下しており、大体2.7 ks程度の保持時間で焼結後の目標炭素量である0.4%Cが得られるようである。

図7 溶剤抽出後の加熱揮散処理時間による残存炭素量の変化⁽²⁰⁾。

以上までは型プレス成形材を用いた予備実験的なものであるが、実際に射出成形材についての詳細な検討結果を示す。まず先の実験結果から、混合粉末を用いた成形試料の場合、加熱揮散時の雰囲気40%強の H_2 濃度の N_2 との混合ガスを用いれば、0.4%の炭素量を得ることが可能であった。そこで、この点を確認する意味で溶剤抽出後、40%以上の種々の H_2 濃度雰囲気下で脱バインダを施し、焼結後の炭素量を分析した。結果を図8に示すが、予想通り、 H_2 濃度が40%から60%へと増加するにつれ炭素量は漸次低下しており、同図中に併示した硬度測定結果もそれに良く対応していることがわかる。これら焼結試料のうち炭素量が0.4%前後の試料の光学顕微鏡組織を図9に示す。40% H_2 濃度使用のものでは基底は均一なペイナイト組織(B)であるが、 H_2 濃度の増加とともに白地のフェライト相(F)が出現し、かつその割合も増加していることが観察

図8 溶剤抽出後の加熱揮散時雰囲気による残存炭素量と硬度変化⁽²⁰⁾(射出成形材)。

図9 混合粉末射出成形材を溶剤抽出後、(a) 40% H_2/N_2 , (b) 50% H_2/N_2 混合ガス中で脱バインダし、焼結した試料の組織。
B: バイナイト, F: フェライト。

される。小さな球状の黒い部分は気孔であるが、これら試料の相対密度は約96%もあり緻密化がよく進行していた。なお 1573 K という高い焼結温度であるにもかかわらず、フェライト結晶粒径はかなり小さく、とくに 50% H_2 濃度のものでその傾向は強く現れていた。

次に、合金粉末射出成形材についても同様の実験を試みているので、その結果についても簡単に記しておく。合金粉末は炭素を含んでいないことから、混合粉末射出成形材の場合と同様な N_2 と H_2 の混合ガス雰囲気下での脱バインダ条件では、試料中に炭素を残存させることはできなかった。そこで結果は省略するが、種々のガス雰囲気下で脱バインダを行ったところ、 CH_4 や CO などのいわゆる浸炭雰囲気を用いることにより、炭素を残存させることが可能であった。例えば、溶剤抽出後の加熱揮散時の雰囲気として種々の CO 濃度の異なる H_2 との混合ガスを用いて脱バインダしたのち、 H_2 と N_2 との混合ガス雰囲気中で焼結を施した場合、脱バインダ時の CO 濃度を変えるだけで焼結試料中における炭素量を約1.2から0%まで広い範囲で制御することができた。しかし本試料の場合、1673 K-3.6 ks という高温焼結を施しても多量の気孔が残存していた。焼結時の H_2 濃度を増せば緻密化も若干進行するようであったが、それでも相対密度としては80%程度で次節での機械的性質を調査する試料を得るまでには至らなかった。これは、やはり使用した合金粉末の粒度が約 36 μm とかなり粗く、またバインダとの混練比も5:5であったことに起因していると考えられる。この点に関して、微粉であればさらに緻密化した組織を呈するものと思われ、現在、平均粒径が約 10 μm の微細合金粉末を用いて再検討中である。

ところで、同一条件で脱バインダおよび焼結を施しても得られる試料の炭素量にかなりのバラツキが生じ、炭素量の制御という点で当初大きな問題を生じたが、残存炭素量

図10 焼結後の残存炭素量と脱バインダ前後の試料質量損失割合との関係⁽²⁰⁾。

に最も関連が深いと考えられる脱バインダ過程での質量変化に着目することで、この種の問題が解決できたので付記しておく。図10は混合粉末射出成形材を同一条件で脱バインダ、焼結した試料の炭素分析値を、脱バインダ前後の質量損失割合で整理したものである。両者の間にはかなり良好な直接関係が成立し、これより例えば目標の最終炭素量が0.4%の場合、脱バインダ前後の質量損失割合を8%弱で抑えてやればよいことがわかる。同様なことは合金粉末を用いた射出成形材にも十分適用できた。なお、このような問題が生じた原因の1つとして、本研究では溶剤によるワックス抽出過程でヘプタンを前掲図4に示すような装置の上部から滴下したが、その際、一部の試料では直接ヘプタンが接触したのもあった。つまり、ワックスの抽出度合が試料間で異なっていたと考えられる。したがって、脱バインダ過程においては均一にバインダの除去が進行するように、装置にも十分配慮すべきである。

以上、要するに、原料粉末中の炭素の有無にかかわらず、脱バインダおよび焼結プロセス時の雰囲気や条件を調節すれば、射出成形法による焼結合金鋼の炭素量はかなり正確に制御できると言えよう。

5. 焼結材の機械的性質

図11は混合粉末射出成形材を溶剤抽出後 50% H_2 濃度の N_2 との混合ガス中、昇温速度 0.067 K/s で 873 K まで加熱して脱バインダしたのち、種々の H_2 濃度の N_2 との混合ガスを用いて 1573 K で 3.6 ks の焼結を施した試料の引張試験結果である。また図12に、上記試料の炭素分析ならびに硬度測定結果も併示する。 H_2 濃度の増加とともに試料中の残存炭素量は低下するので、強度ならびに硬度は低下し伸びは上昇している。図13に、これら焼結試料の代表的な光学顕微鏡組織を示す。10% H_2 濃度の焼結試料では

図11 混合粉末射出成形材の焼結時の雰囲気による引張特性変化⁽²⁰⁾.

図12 図11で用いた試料の炭素分析値および硬度⁽²⁰⁾.

図13 混合粉末射出成形材を脱バインダ後、(a) 10% H_2/N_2 , (b) 30% H_2/N_2 混合ガス中で焼結した試料の組織。
B: ベイナイト, F: フェライト.

基地はほぼ均一なベイナイト組織(B)であるが、 H_2 濃度の増加とともに白地のフェライト相(F)が出現する。そしてその割合も増加するが、前述したように 1573 K という高い焼結温度であるにもかかわらず、フェライト結晶粒径がかなり小さいことが特徴である。また小さな球状の黒い部分は気孔であるが、これはいずれも独立の均一に分布した微細球状気孔⁽³⁾であり、相対密度としても全試料が 95~6%の値を示しており、かつ試料表層部では気孔もさほど観察されなかった。以上のことは、通常の粉末冶金製品中に見られる複雑形状の気孔に比べると、本試料の場合、内部切欠の効果極めて小さいことを意味しており、したがって延性に富んだ引張特性が得られたものと思われる。ちなみに、10% H_2 濃度の焼結試料(0.54% C)の引張強さは約 660 MPa で伸びは10%の値を示したが、これは同程度の強度を示す通常の焼結 Ni 鋼(Fe-9%Ni-0.6% C , 相対密度93.5%)の伸びが3~4%⁽²⁵⁾であるのに比べると、かなり良好な延性を示していると言える。いずれにしても、4600鋼組成の混合粉末を用いた射出成形材は高密度でかつ微細な焼結組織を呈することから、熱処理によっては粉末鍛造材と同程度の機械的性質も得られることが十分に期待できそうである。

6. 熱処理材の機械的性質

本鋼種は粉末鍛造用鋼として一般には熱処理が施されるので、溶体化焼入れ後、種々の温度で焼もどしを行った場合の機械的性質についても調査、検討した。この場合、混合粉末射出成形材には依然として4~5%の気孔が、また合金粉末射出成形材には多量の気孔が残存していたので、セラコン・プロセス⁽²⁶⁾(Ceracon Process)による緻密化処理を施し比較材として用いている。本処理は加熱した微細セラミックス粒を圧力媒体とし、通常のプレスを用いて発生する擬似静水圧を利用するもので(擬HIPとも称される)、本処理によってほぼ完全な緻密材が得られる。図14の(a)に混合粉末射出成形材の焼結したままの試料を473 Kで焼もどした場合の組織を示す。また図14の(b), (c)にそれぞれ混合および合金粉末を用いた緻密化試料の同一焼もどし組織を示す。焼結したままの試料にはやはり微細な球状気孔が残存しているが、セラコン・プロセスを施すことで完全に消失していることがわかる。焼もどし温度が高くなるにつれ、マルテンサイト基地での微細炭化物の析出およびフェライト化が進行するが、ただ混合粉末を用いたものでは射出成形後、焼結した試料およびその緻密化試料の両者ともに矢印で示すような白地の部分が観察された。このような白地は合金粉末を用いた試料には観察されず、混合粉末試料特有の組織であると思われるが、この点については後述する。

さて、図15に各種焼もどし材の引張試験の結果を示す。まず混合粉末の場合、焼結したままの試料には依然として

図14 473 K での焼もどし組織. (a)混合粉末射出成形材の焼結したままの試料, (b)混合粉末射出成形材を焼結後, セラコン・プロセス処理した試料, (c)合金粉末射出成形材を焼結後, セラコン・プロセス処理した試料.

図15 各種焼もどし材の引張特性⁽²³⁾.

微細な球状気孔が残存しているわけであるが, その引張特性はセラコン・プロセスによる緻密化試料のそれと大差ない. とくに 473 K 焼もどし材では 2000 MPa 以上という極めて高い強度にもかかわらず, 伸びは 3% 以上を示し, 注目に値する. また 623 K 焼もどし材では引張強さ 1500 MPa, 伸び 8% 程度で, いずれの焼結試料も従来の粉末鍛造合金鋼⁽²⁷⁾⁻⁽²⁹⁾に匹敵もしくは上廻る特性を示している. 一方, 図16に示すように合金粉末を用いた緻密化試料は高炭素量であるにもかかわらず, その両引張特性は前者と比較してかなり劣っていることがわかる. これは前述したように焼結後も多量の気孔が残存していたことから, セラコ

図16 各種焼もどし材の炭素量と硬度⁽²³⁾.

ン・プロセス処理時に内部酸化が生じたためとも推察されるが, 混合粉末試料と組織が異なることも要因の1つと考えられる. すなわち, 前掲図14(a), (b)にも現れている白地の組織が混合粉末試料のみに観察される点である. そこで, これら組織の違いによる影響を明らかにするため, EPMA による各合金元素の分布状態を調べてみた. 合金粉末試料では予想通り Mn, Ni, Mo の各合金元素は均一に分散していたが, 混合粉末を用いた両試料においては図17に一例として示すように, Ni のみが前述の白地の部分に偏析していることがわかった. Ni 濃度は各試料によって異なるが, おおよそ 7~20% 程度含まれており, 炭素量が 0.4~0.5% 程度であれば白地の組織はマルテンサイトもしくはわずかな残留オーステナイトであることが推察される⁽²⁵⁾. すなわち, 強度の向上に寄与するマルテンサイト

図17 473 K で焼もどしを施した混合粉末焼結試料における各種元素の EPMA による線分析。

を網目状に焼もどし組織が取り囲んだ組織が混合粉末試料のものである。これは微細なカーボニル Ni 粉の凝集に起因したものと推察されるが、このような不均一組織が機械的性質を向上せしめたとも考えられる。なお残留オーステナイトが存在すれば引張試験時においても、いわゆる加工誘起変態によりマルテンサイトになることから⁽³⁰⁾、その変態誘起塑性に起因して延性も維持しうると予想されるが、この点については残留オーステナイトの確認など詳細な検討を要しよう。

7. お わ り に

金属粉末射出成形法(MIM)の用途拡大の1つとして鉄系機械構造用部品への適用を挙げ、粉末鍛造用鋼種である4600鋼組成(Fe-0.2%Mn-1.8%Ni-0.5%Mo)の混合粉末ならびに合金粉末を用いた射出成形材について、とくに材質的に最も重要な因子である炭素量や組織の調整、ならびに各種機械的性質の検討を行ってきた。その結果、微細粉末を用いて射出成形後、脱バインダおよび焼結プロセス時の雰囲気や条件を調節すればかなり正確な炭素量の制御は可能であり、かつ緻密で微細な焼結組織が得られることから、とくに延性に富む焼結合金鋼を作製することができた。そして熱処理によっては、従来の粉末鍛造合金鋼の特性を上廻るような高強度・高靱性の極めて高性能な焼結合金鋼の開発も可能であることが、筆者らの研究例で紹介できたと思う。ただ、冒頭でも述べたように MIM プロセスの実用化はまだ新しく、ここでは取り上げなかったが、粉末やバインダの選定、脱バインダおよび焼結プロセスの短縮化、仕上り製品の寸法精度や大型化など技術的に解決しなければならない問題点も多く残されている。今後の MIM 技術の進歩により、これらの問題点が徐々に克服されるとともに、ここで述べたプロセスが高性能な焼結合金鋼を設計する上での指針になり、MIM が新しいタイプの焼結材料開発の一手段として広く用いられることを期待して止まない。

最後に、本研究の大部分は米国 Rensselaer Polytechnic Institute(通称 RPI, ニューヨーク州)の Center for Manufacturing Productivity and Technology Transfer における Advanced Powder Processing Program の一環として遂行されたもので、このような研究の機会を与えて頂いた Randall M. German 教授(現在, Pennsylvania State University に在職)に心から感謝の意を表したい。そして実験にご協力頂いた RPI の Dr. K. F. Hens や Dr. S. T. Lin 他 Powder Metallurgy Group (German 研究室)の学生諸君ならびに熊本大学工学部材料開発工学科助手 安藤新二博士および本学学生 入屋武仁君に感謝致します。また本稿をまとめるに際し、九州大学工学部材料工学科 徳永洋一教授よりご指導ご鞭撻を頂きましたこと、ここに記して謝意を表します。

文 献

- (1) R. M. German, D. Lee, C. Chung and R. W. Messler: Precision Metal, **47**(1989), 5, 30.
- (2) 加藤 豊: 工業材料, **36**(1988), 102.
- (3) 黒川壮夫: 合成樹脂, **34**(1988), 21.
- (4) 斉藤勝義, 荒木田 豊, 井上 誠: ファインセラミックスの射出成形技術, 日刊工業新聞社, (1987).
- (5) 斉藤勝義: 最新金属・セラミックス粉末射出成形技術とバインダ, アイビーシー, (1990).
- (6) 荒木田 豊: 日本金属学会会報, **26**(1987), 473.
- (7) 荒木田 豊: 粉体および粉末冶金, **37**(1990), 597.
- (8) 中村秀樹: 鉄と鋼, **76**(1990), 660.
- (9) L. F. Pease, III: Int. J. Powder Metallurgy, **22**(1986), 177.
- (10) A. Weaver: Metal Powder Report, **42**(1987), 300.
- (11) P. Bhawe, W. Dormon and D. Teel: *Modern Development in Powder Metallurgy*, vol. 18, Ed. by P. V. Gummesson and D. A. Gustafson, Metal Powder Industries Federation (MPIF), Princeton, NJ, (1988), p. 333.
- (12) H. Zhang, R. M. German and A. Bose: Int. J. Powder Metallurgy, **26**(1990), 217.
- (13) H. Zhang, R. M. German, K. F. Hens and D. Lee: *Advance in Powder Metallurgy*, vol. 3, Ed. by E. R. Andreotti and P. J. McGeehan, MPIF, Princeton, NJ, (1990), p. 437.
- (14) L. F. Pease, III: Progress in Powder Metallurgy, **43**(1987), 787.
- (15) R. T. Fox, D. Lee, M. K. Bulger and R. M. German: *Advance in Powder Metallurgy*, vol. 3, Ed. by E. R. Andreotti and P. J. McGeehan, MPIF, Princeton, NJ, (1990), p. 359.
- (16) Y. Kiyota, J. Ohta, I. Sakurada, H. Ohtsubo and S. Takajo: *Advance in Powder Metallurgy*, vol. 3, Ed. by E. R. Andreotti and P. J. McGeehan, MPIF, Princeton, NJ, (1990), p. 445.
- (17) R. M. German: *Powder Injection Molding*, MPIF, Princeton, NJ, (1990).
- (18) S. T. Lin and R. M. German: Powder Metallurgy Int., **21**(1989), 19.
- (19) 三浦秀士, 本田忠敏, R. M. German: 粉体および粉末冶金, **38**(1991), 767.
- (20) 三浦秀士, 本田忠敏, R. M. German: 材料とプロセス, **4**(1991), 1718.
- (21) 三浦秀士, 本田忠敏, R. M. German: 粉体粉末冶金協会秋期講演概要集, (1991), p. 271.

- (22) 三浦秀士, 本田忠敏, R. M. German: 粉体および粉末冶金, **39**(1992), 254.
- (23) R. E. Wiech, Jr.: U. S. Patent No. 4 661 315, April 28, (1987).
- (24) S. T. Lin and R. M. German: Metall. Transactions A, **21A**(1990), 2531.
- (25) 花立有功, 真島一彦, 三谷裕康: 粉体および粉末冶金, **25**(1978), 122.
- (26) B. L. Ferguson and O. D. Smith: *Metals Handbook Ninth Edition*, vol. 7, Coordinator E. Klar, American Society for Metals, Metals park, Ohio, (1984), p. 537.
- (27) W. V. Knopp: *Modern Developments in Powder Metallurgy*, Ed. by E. N. Aqua and C. I. Whitman, MPIF, Princeton, NJ, **15**(1984), p. 571.
- (28) R. C. O'Brien: *Progress in Powder Metallurgy*, **43**(1987), 749.
- (29) J. W. Burlingame, S. R. Buzolits, T. Leister and H. W. Antess: *Modern Developments in Powder Metallurgy*, Ed. by P. U. Gummesson and D. A. Gustafson, MPIF, Princeton NJ, **18**(1988), p. 197.
- (30) 三浦秀士, 酒田 修, 徳永洋一: 粉体および粉末冶金, **33**(1986), 132.

略 号

MIM : metal injection molding, 金属粉末射出成形法.

HIP : hot isostatic pressing, 熱間静水圧成形法.

<新 刊 案 内>

セラミック合成入門

岩崎弘道・金子泰成 著

セラミックスが金属材料と最も異なる点の1つとして, その製造プロセスが最終製品の特性に大きな影響を及ぼすことを挙げることができよう。例えば, ステンレス鋼 SUS304 の耐食性は, どの会社から購入してもさほど差はあるまい。しかし, セラミックスの場合には必ずしもそうではない。窒化ケイ素焼結体の曲げ強度や靱性値などは製造会社によって異なりそうだし, 場合によっては, 同じ製造会社でも製造ロットによってそれらの性質が異なるかもしれない。セラミックスの世界では, どのような出発原料粉末を使ってどのようなプロセスで焼結成型したのかが重要な問題になる。そこで, セラミックス粉末を自分で合成し, それを焼結成型することも興味深い研究テーマとなりうる。

本書では, 色々なセラミックス粉末をいかにして実験室で合成するか, 平易にかつ詳細に記述している。取り上げられているセラミックス粉体は, アルミナ, ジルコニア, チタニア, 窒化アルミニウム, 窒化ホウ素, 窒化チタン, 窒化ケイ素, 水

酸アパタイトなどである。本書の構成は, 1.はじめに, 2.実験室的なセラミックスの合成例, 3.新しいセラミックスの合成法, 4.天然有機物を利用したセラミックスの合成, 5.セラミックス合成をさらに学ぶために, 6.粉末の解析方法, となっている。

本書の最大の特徴は, 第4章の天然有機物を利用したセラミックスの合成にある。粉殻からの窒化ケイ素ウィスカ, 米ぬかからの水酸アパタイト, アルギン酸からの水酸アパタイトおよび各種セラミックス繊維, などの合成を紹介している。これらは, 単に資源の有効利用というだけでなく, 自然環境と材料合成についての係わりについて, 著者らの深い洞察が感じられる。

セラミックス粉末の合成という比較的限られた分野についての記述であるが, セラミックスを初めて勉強される方には, 格好の入門書になりそうである。本書の一読をお薦めする。(T.G.)

[B6 判 160 頁 1992 年 2,060 円 アグネ技術センター]