

金属焼結における脱脂技術

Removal of Wax Technology in a Metal Sintering Process

和田 智宏*

WADA Tomohiro

渡邊 憲一**

WATANABE Kenichi

1. はじめに

金属焼結製品の製造は、一般に金型へ潤滑剤を含んだ金属粉末を入れてプレス成型した後に脱脂および焼結工程を経て製造される。金型でのプレス時に最終製品に近い形状が得られるため製造コストが低く、自動車を中心に多方面で利用されている。最近、焼結製品の高機能化に伴い、ステンレスや磁性材などの需要が伸びている。これらの材料は焼結温度が高く、窒化などの悪影響を避ける目的で真空炉を用いた焼結が一般に用いられてきたが、バッチ処理であるために生産性が悪く、真空中の加熱によりクロム (Cr) などの蒸発が発生し、耐食性など製品品質に問題があることがある。

真空炉以外の焼結設備として、関東冶金工業製オキシノン炉が注目されている。これは炉体がカーボン複合体で形成された連続炉であり、2600℃までの高温焼結が可能である。雰囲気中の微量酸素は炉体のカーボンと反応することで除去され、真空炉に匹敵する低酸素分圧を実現している。連続炉であることから生産性に優れ、常圧のためクロムの蒸発などの品質上の問題も発生しない。また、アルゴンを使用することで窒化が懸念される材料の焼結も可能となるが、システム全体にアルゴンを用いるため、ランニングコストが高くなるという問題がある。そこで、ランニングコスト低減を目的としてシステムの一部である脱脂工程の雰囲気をアルゴンから安価な発熱型変成ガスへ転換することにより、ステンレス系焼結材料への適用を検討したので紹介する。

2. 試験装置

2.1 脱脂雰囲気発生装置

実験に用いた脱脂雰囲気発生装置の系統図を図1に示す。発生装置にLPGおよび空気を供給し、燃焼室

* 開発・エンジニアリング本部山梨研究所ガス利用技術センター
** 関東冶金工業株式会社 技術開発部

内で不完全燃焼させることで変成ガスを得た。また、この発生装置は脱脂炉内において発生した潤滑剤分解ガスを燃焼室内に導入し、適量の空気を添加し酸化分解することで雰囲気として再利用する機能を有している。

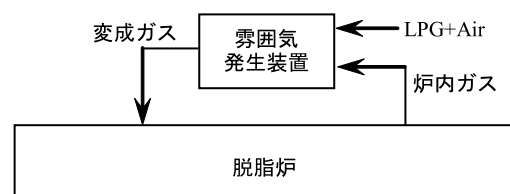


図1 脱脂雰囲気発生装置系統図

2.2 熱分解ガス分析装置

脱脂工程における潤滑剤の熱分解挙動を検討するために、炉内寸法φ58mmの管状炉を用いた熱分解ガス分析装置を製作した。装置の系統図を図2に示す。この装置は各種雰囲気ガス中にてサンプルを昇温し、サンプルから発生したガス成分を四重極型質量分析計(Q-Mass)にてリアルタイムに測定することができる。

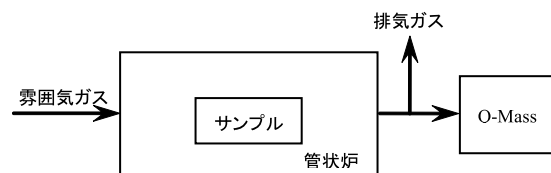


図2 熱分解ガス分析装置

3. 実験

実験に用いたサンプルはSUS304L粉末に潤滑剤としてN,N'-エチレンビス(ステアルアミド)(C₃₈H₇₆N₂O₂)を1%(weight)添加したものを幅10mm×高さ10mm×長さ55mmにプレス成形して作成した。

3.1 潤滑剤の熱分解発生挙動

管状炉による潤滑剤の熱分解挙動は、サンプルをアルゴン雰囲気下にて5℃/minの昇温速度で加熱して

発生したガスを確認した。図3に潤滑剤熱分解ガスの発生挙動を示す。

図3中の M/Z (質量電荷比) = 2, 15, 41, 57 はそれぞれ H_2^+ , CH_3^+ , $C_3H_5^+$, $C_4H_9^+$ に対応しており、潤滑剤の有機鎖が熱分解して発生した成分であると思われる。ピーク温度はいずれも 500°C 付近に存在していることが分かった。また、これらの成分以外も全て 500°C 付近にピークが存在していることから潤滑剤の分解反応は 500°C 付近で最も進行するものと思われる。

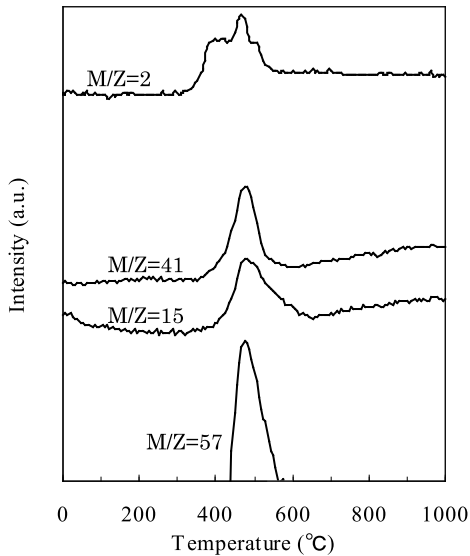


図3 SUS304L の潤滑剤分解挙動

3.2 脱脂雰囲気発生装置を用いた脱脂試験

脱脂雰囲気発生装置により発生した変成ガスによる脱脂処理は、メッシュベルト式連続炉(脱脂炉)にて実施した。雰囲気原料ガスは LPG と理論空燃比に対して 10% 過少量の空気を発生装置に供給し、反応温度 930°C にて変成ガスを発生させた。表1に発生装置より得られた変成ガスの分析値を示す。

成分	組成 (% (volume))
H_2	2.27
CH_4	<0.001
H_2O	0.52
CO	3.20
CO_2	10.31
N_2	83.70

表1に示した組成の変成ガスを脱脂炉に導入して脱脂処理を行った。処理温度は 500, 600, 800°C の

3水準を選択し、均熱時間は全て 6 min に設定した。表2に各処理温度における連続炉内雰囲気組成を示す。

成分	組成 (% (volume))		
	500°C	600°C	800°C
H_2	2.00	1.82	1.32
CH_4	<0.001	<0.001	<0.001
H_2O	0.99	1.30	1.48
CO	2.92	3.17	3.97
CO_2	11.44	11.05	10.23
N_2	82.65	82.66	83.00

変成ガス組成と炉内ガス組成が異なるのは、炉内において再平衡反応を引き起こしたためである。

脱脂処理後のサンプルはアルゴン雰囲気中のオキシノン炉にて 1300°C, 60 min 加熱して焼結処理を行った。表3に各処理温度における脱脂および焼結サンプルの残留炭素分析結果、および JIS における SUS304L の残留炭素規格値を示す。なお、脱脂前サンプルの分析では 0.770% の炭素が検出された。

サンプル状態	残留炭素量 (% (weight))			
	500°C	600°C	800°C	JIS 規格
脱脂	0.042	0.068	0.160	—
焼結	0.016	0.044	0.053	<0.030

脱脂温度の上昇とともに残留炭素量が多くなる傾向を示した。これは脱脂温度の上昇により酸化反応が進行し、表面に酸化皮膜を形成した結果、内部の潤滑剤成分が分解して離脱することを阻害しているためであると思われる。脱脂温度 500°C で最も残留炭素量が少なくなり、JIS 規格値を満たす焼結品を得ることができた。

4. まとめ

金属焼結における脱脂雰囲気として、発熱型変成ガスを用いた SUS304L プレス成形体の脱脂、およびアルゴン雰囲気中での焼結を実施した。その結果、脱脂処理温度 500°C において最も低い残留炭素量となり、JIS 規格を満たす製品が得られることがわかった。今後、処理条件の更なる最適化を図っていきたい。

本技術は MIM (金属射出成形法)、磁性材料、発泡金属、セラミックスなど近年成長が著しい焼結製品への適用も検討していく予定である。