

MIMにおける雰囲気脱脂・焼結技術の開発

Development of Atmospheric Gas Technology for Dewax and Sintering in Metal Injection Molding Products

和田 智 宏*

WADA Tomohiro

1. はじめに

MIM (Metal Injection Molding; 金属射出成形法) は微細な金属粉末と樹脂やワックスなどの有機バインダーを混練し、プラスチックと同様に射出成形機にて射出成形してグリーン体を作成し、脱脂および焼結工程を経て焼結体を得る粉末冶金法である。一般的なプレス成形による粉末冶金法では不可能な3次元形状を容易に得ることができ、溶製材に匹敵する高密度・高強度焼結体を得られるという長所を持っている。しかしながら、一般のプレス成形法が1%(weight)程度の潤滑剤を使用してグリーン体を成形するのに対し、MIMでは材料の成形性や流動性の問題から10%(weight)前後の有機バインダーを添加する必要があり、その後の脱脂工程が複雑で処理時間が長いという欠点も有している。また、MIMは真空炉を用いたバッチ処理による焼結が一般的であり、大量生産時における生産効率に問題を抱えている。一部では雰囲気連続炉を用いたMIM製品の量産が実施されているが、焼結雰囲気を用いる水素が炉内で $C+2H_2 \rightarrow CH_4$ 反応を引き起こすことにより脱炭の問題が発生するために、低炭素ステンレス鋼などの一部の鋼種および製品への適用に限られているのが現状である。最近ではMIMが持つ高密度で複雑形状を得ることができるといった利点に着目して自動車などの分野に対して炭素鋼系部材などへのMIM製品の適用について検討されており、低コストで大量処理ができ、更に、無脱炭焼結が可能な不活性ガスを用いた雰囲気連続炉を使用した連続脱脂・焼結プロセスに対する期待が大きくなっていく。

ここでは、MIMにおける雰囲気処理の可能性を検討する目的で、TG/DTA(熱重量/示差熱分析装置)を使用した雰囲気脱脂挙動解析と雰囲気炉での脱脂および焼結処理を行って真空焼結品との比較を焼結密度および組成分析により実施した。

*開発・エンジニアリング本部山梨研究所ガスアブセンター

2. 実験

2.1 サンプル調製

実験には一般的にMIMに用いられているFe-2%(weight) Ni合金をサンプル鋼種として採用した。まず、カルボニルFe粉とカルボニルNi粉およびグラファイト粉末をS30C相当の組成になるように秤量し混合した。表1に混合粉の組成を示す。この混合粉に表2に示す組成のバインダーを9.5%(weight)添加して10×5×70mmの成形体(グリーン体)を射出成形した。

表1 原料金属粉の組成分析値 (%(weight))

Fe	Ni	C	O
Balance	1.97	0.335	0.495

表2 バインダー組成 (%(weight))

ワックス類	高分子系樹脂	ゴム系高分子樹脂
50.0	48.5	1.5

射出成形後のグリーンは328Kの石油系溶剤中に7.2ks浸漬して予備脱脂を実施し、成形体に含まれるバインダー量を4.8%(weight)に調整した。

2.2 TG/DTAによる脱脂挙動解析

MIMでは添加するバインダー量が多いため脱脂時の温度パターンが不適切な場合にはバインダーの急激な分解反応が進行し、発生した分解ガスによる脱脂体の変形や割れなどが発生しやすい。そこで、TG/DTA(リガクTG8120)を用いて減量が一定速度になるように加熱速度を制御することができる反応速度制御TG測定を窒素雰囲気中で実施して脱脂時の温度パターンの最適化を行った。

2.3 脱脂および焼結処理

前節の反応速度制御TG測定にて得られた脱脂温度パターンを使用して窒素雰囲気での脱脂処理を行った。処理にはカーボン製バッチ炉(東海高熱工業製TVS200)を使用した。サンプルはアルミナ製のトレー

に設置し、処理後のサンプルは炉内にて323Kまで冷却した。その後、1523Kまで0.1K/sの昇温速度にて昇温し3.6ks保持して焼結した。雰囲気焼結では雰囲気ガスにアルゴンを使用して炉内圧を104kPaで制御して焼結処理を行った。また、真空焼結の場合には真空排気に油回転ポンプおよび油拡散ポンプを使用して 3×10^{-2} Pa以下に減圧して実施した。処理後のサンプルは323Kまで自然冷却した後に炉外に取り出し、化学組成分析およびアルキメデス法による密度測定を実施して評価した。

3. 結果

3.1 TG/DTAによる脱脂挙動解析

図1に昇温速度0.1K/sで測定したTG曲線を示す。

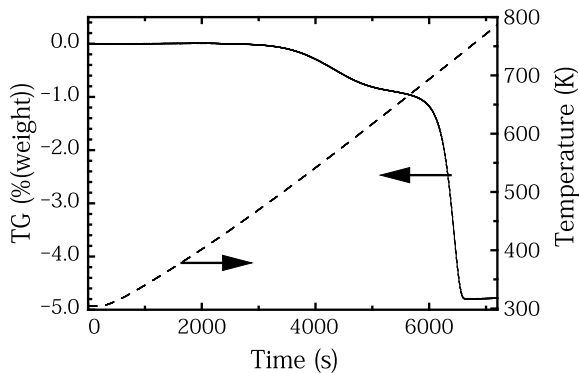


図1 MIM グリーンのTG 曲線

図1より、脱バインダーによる減量は2段階で進行していることがわかった。まず、ワックス類の分解が460K付近で開始し、673K付近から高分子系樹脂の分解が進行し、740Kで減量が完了することがわかった。673Kからの高分子系樹脂の分解は短時間で終了しており、発生ガスによる脱脂体の变形や膨張などの危険性があることを示している。次に、反応速度制御TG測定を制御減量速度 2×10^{-4} % (weight)/sにて行った。図2にその結果を示す。

反応速度制御TG測定では一定速度で減量が進行するように昇温を制御しているため、一定速度で加熱した際に発生した急激な高分子系樹脂の分解を抑制し、一定速度で脱バインダー処理を進行させる温度パターンを得ることができた。よって、図2の温度曲線を脱脂処理温度パターンとして採用した。

3.2 脱脂および焼結処理

3.1で得られた昇温パターンを適用して窒素気流下にて脱脂処理を行い、その後、アルゴン雰囲気あるいは真空中にて焼結処理を実施した。表3に焼結体の化

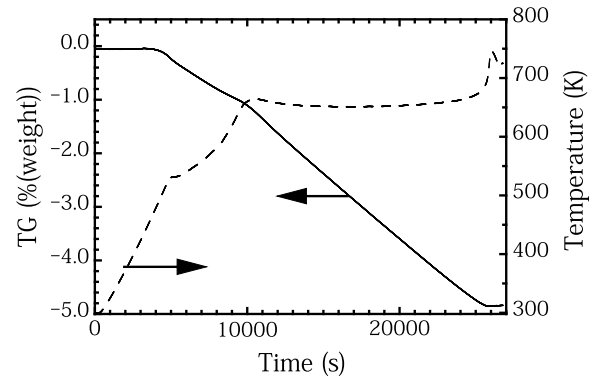


図2 MIM グリーンの反応速度制御TG 曲線

学組成分析および密度測定結果を示す。

表3 焼結体の成分、密度測定結果

焼結雰囲気	C (% (weight))	O (% (weight))	密度 (Mg/m ³)
アルゴン	0.31	0.008	7.61
真空	0.33	0.009	7.55
規格値	0.25 - 0.35	< 0.03	> 7.5

表3に示したようにアルゴン雰囲気中と真空中で処理した焼結体の間に明確な化学組成の違いは認められず、カーボンおよび酸素量は規格値に適合していることを確認した。また、焼結体の密度においてもアルゴン雰囲気と真空の間に大きな違いは認められず、いずれも規格値をクリアしていることがわかった。焼結体の外観には割れや膨れなど問題になるような欠陥は認められず、寸法検査においても問題はなかった。

4. まとめ

MIMにおける不活性雰囲気連続脱脂・焼結プロセスの可能性を確認するためにTG/DTAを用いた脱脂挙動解析を実施して最適な脱脂温度パターンを決定した。この温度パターンを用いて窒素気流下にて脱脂処理を行い、アルゴン雰囲気焼結および真空焼結を実施して雰囲気が焼結体品質に与える影響を確認した。その結果、常圧のアルゴン雰囲気を用いた焼結においても真空焼結と同等の品質を得られることがわかった。

今後は、連続炉を用いたMIMの雰囲気連続脱脂・焼結処理の検討を行い、連続生産時における品質の確認およびランニングコストの検討を実施する。また、ファインセラミックスやポーラスマテリアルなどの新素材分野においても同様の検討を実施していく予定である。