

# SUS316L粉末RIP成形焼結体の密度に及ぼす 粉末条件の影響

澤田 俊之\*・柳本 勝\*

Effect of Characteristics of Atomized Powder on Density of SUS316L Sintered RIP Compacts  
Toshiyuki Sawada and Katsu Yanagimoto

Synopsis: The effect of characteristics of atomized powder on density of SUS316L sintered compacts was investigated. Gas atomized (GA) and water atomized (WA) SUS316L powders of several particle size distributions were cold-compacted using Rubber Isostatic Pressing (RIP) developed by INTERMETALLICS Co. Compacted specimens were sintered at between 1573K and 1673K to investigate density and microstructure.

It was found that even spherical particles of GA powders could be compacted without cracking by RIP. The density of GA powder RIP compacts was higher than WA ones in every particle size. Below the sintering temperature of 1623K, the density of sintered compacts shows the same trend as RIP compacts except for  $-20\mu$  WA powder. At 1673K, GA powder compacts were consolidated to almost full density even when larger particle of  $-500\mu$  was used, while the maximum value of WA powder compacts was 98%. As a result, taking the advantage of high tap density and low oxygen content for high density sintering, gas atomized powder would be suitable raw material for making full dense complicated shape parts.

## 1. 緒言

近年、自動車や家庭用機器に使用される金属部品形状の複雑化にあわせて、それらに使用される粉末冶金製品の製造技術も大きく進歩している<sup>1)</sup>。粉末冶金法では従来の鍛造、切削といったプロセスの代わりに、金属粉末を金型プレスで複雑部品形状に成形して焼結するのが一般的であるが、さらに小型で複雑な形状の部品の製造法としてMIM（金属射出成形）なども注目されている<sup>2)3)</sup>。

金型プレス成形には成形後の保形性が良好な還元粉末や水アトマイズ粉末などの不規則形状粉末が使用されている。一方、MIMではバインダーを使用して保形性を確保できるため、金型への充填性や流動性の点から球状粉末が好ましいといわれているが、現状ではコストや生産性の点などの理由から水アトマイズ微粉末が多く使用されている。しかし、耐熱性や耐食性に優れたNi基合金など水アトマイズ粉末ではその特性が充分発揮できないような組成の合金を中心に、ガスアトマイズ粉末のニーズも今後伸びてくるものと思われ、MIMによる焼結体の機械的性質なども検討されている<sup>4)</sup>。

本研究ではガスアトマイズ粉末の焼結挙動を検討することを目的として、インターメタリクス（株）殿が開発したRIP（Rubber Isostatic Pressing）法によって冷間成形したSUS316L成形体の焼結前後の密度変化について、水アトマイズ粉末と比較した結果を報告する。

## 2. 実験方法

Fig. 1に本実験のフローを、Table 1, 2に実験に使用した粉末の詳細と成分分析値を示す。ガスアトマイズ粉末は当社の2tアトマイザーで作製した量産粉末を使用し、水アトマイズ粉末は他社市販品を用いた。各粉末をMIM用の標準的な粒度である $-20\mu$ の他に、 $-150\mu$ 、 $-500\mu$ の3粒度に分級した後、RIP法により成形圧力98~392MPaで冷間成形して立方体を作製した。

RIPの模式図をFig. 2に示す。これは金型の代わりにゴム型を使用してダイプレスすることにより、ゴムの弾性を利用して粉末を等方的に圧縮成形する方法で、粉末と金型の摩擦などが無いためガスアトマイズ粉末のような球状粉末の冷間成形にも有利なプロセスである。冷間成形後の圧粉

\* 技術研究所 新材料グループ

Table1. Chemical composition of gas atomized and water atomized SUS316L Powders.

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Co	mass%
Gas Atomize	0.029	0.79	0.95	0.032	0.006	12.75	17.75	2.12	0.29	0.19	
Water Atomize	0.017	0.78	0.11	0.028	0.004	12.80	16.55	2.06	0.04	0.27	

体は体積重量法によって密度を求め、ガス置換法で求めた各粉末の真密度で割って相対密度パーセントを算出した。

各成形体を1573~1673Kで焼結した後、アルキメデス法により密度を求めた。空隙が多くアルキメデス法では測定できない焼結体については体積重量法を利用した。また、焼結体断面を研磨、エッチングして組織と残留空隙を観察した。

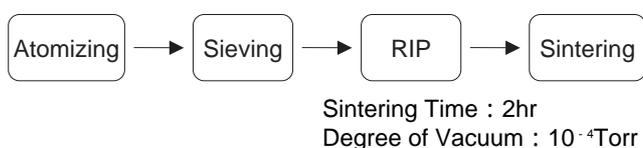


Fig. 1. Experimental process

Table2. Particle size and gas analysis of powders for specimens.

	Particle Size	O	N
Gas Atomaize	- 500 μm	230	570
	- 150 μm	270	570
	- 20 μm	800	508
Water Atomaize	- 500 μm	1200	377
	- 150 μm	2300	351
	- 20 μm	2800	212

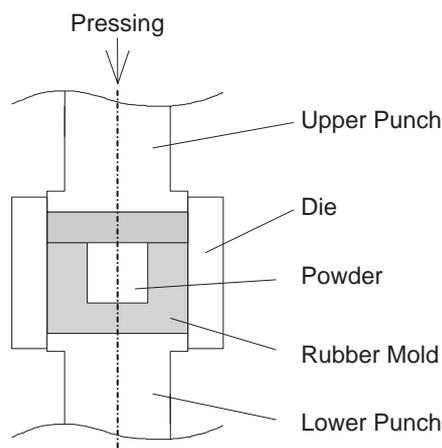


Fig. 2. Schematic figure of RIP.

### 3. 実験結果

#### 3・1 RIP成形結果と冷間成形体密度

Fig. 3に供試材粉末を立方体にRIP成形した後の写真例

を、Fig. 4に成形後の圧粉体の相対密度と成形圧力との関係を示す。RIP法で成形することにより、いずれの粒度のガスアトマイズ粉末も良好な立方体形状で、ハンドリングにも充分耐える強度に成形できることがわかった。

同じRIP成形圧では全体的にガスアトマイズ粉末の方が水アトマイズ粉末より密度が高く、球状で充填性に優れるといったガスアトマイズ粉末の特性がプレス成形の際にも反映されている。また、成形体密度は水アトマイズ粉末、ガスアトマイズ粉末共にRIP成形圧の増加に伴ない単調に増加した。しかし、水アトマイズ粉末は - 20 μmの微粉の成形体密度が粗粉よりも高いのに対し、ガスアトマイズ粉末では粗粉の方がより高密度に成形されており、水アトマイズ粉末の成形体密度とは逆の傾向がみられた。

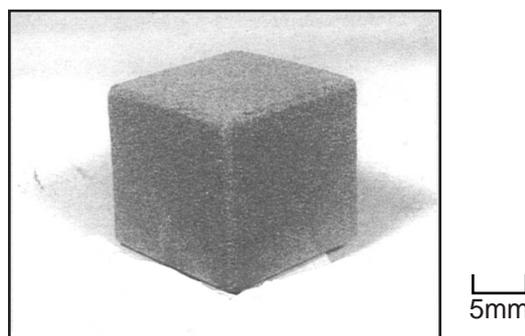


Fig. 3. Typical view of RIP compacts.

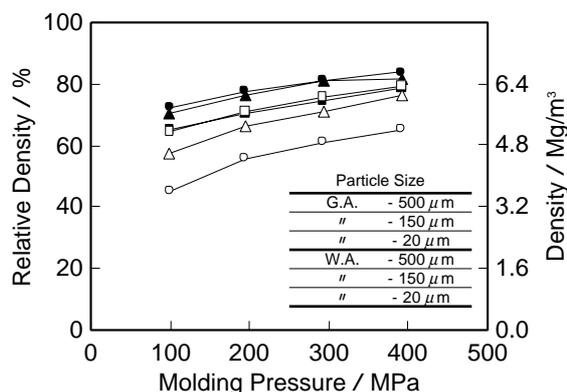


Fig. 4. Relationship between RIP pressure and relative density of compacts.

#### 3・2 焼結後の密度

今回各供試材粉末でもっとも高い成形密度が得られた条

件 (392MPa) でRIP成形した成形体について焼結後の密度を比較した結果をFig. 5にまとめて示す。焼結体の密度は焼結温度の上昇に伴って増加したが、増加の割合は各成形体によって異なる傾向がみられた。

・水アトマイズ粉末

水アトマイズ粉末成形体のうち、RIP後の密度が最も高かった - 20  $\mu$  の粉末成形体については温度と共に単調に増加したのに対し、- 150  $\mu$  のものは1673K焼結で密度が大きく増加する傾向がみられたが、前者の相対密度 (97~98%) よりも低い値 (94%) であった。また、- 500  $\mu$  の粉末焼結体については焼結体を貫通する空孔が多数あり、アルキメデス法では密度測定が不可能であった。

・ガスアトマイズ粉末

ガスアトマイズ粉末成形体はいずれの粒度においても1673K焼結で密度の上昇が大きくなる傾向がみられた。到達密度も水アトマイズに比べて非常に高く、特に - 150  $\mu$  と - 500  $\mu$  の粉末焼結体は99.8以上の密度に焼結されていた。

3・3 焼結材の断面観察

Fig. 6に各種アトマイズ粉末の1673Kにおける焼結体断面の空孔を観察した結果を、Fig. 7に断面のミクロ組織を示す。水アトマイズ粉末の焼結体は空孔が点在している。一方、ガスアトマイズ粉末の焼結体では空孔がほとんど観察されず、密度測定の結果と一致している。

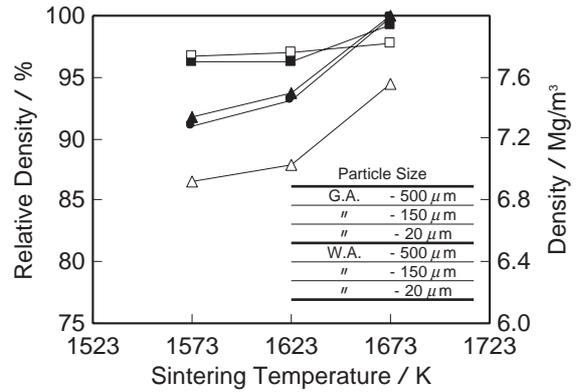


Fig. 5. Relationship between sintering temperature and relative density of compacts.

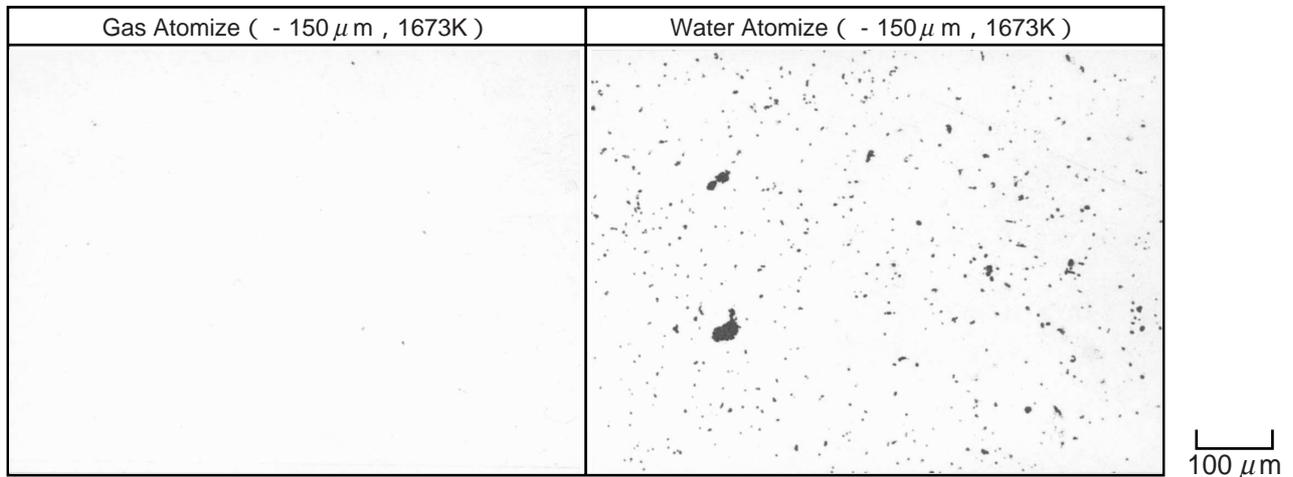


Fig. 6. Micrographs of sintered compacts ( as polished ) .

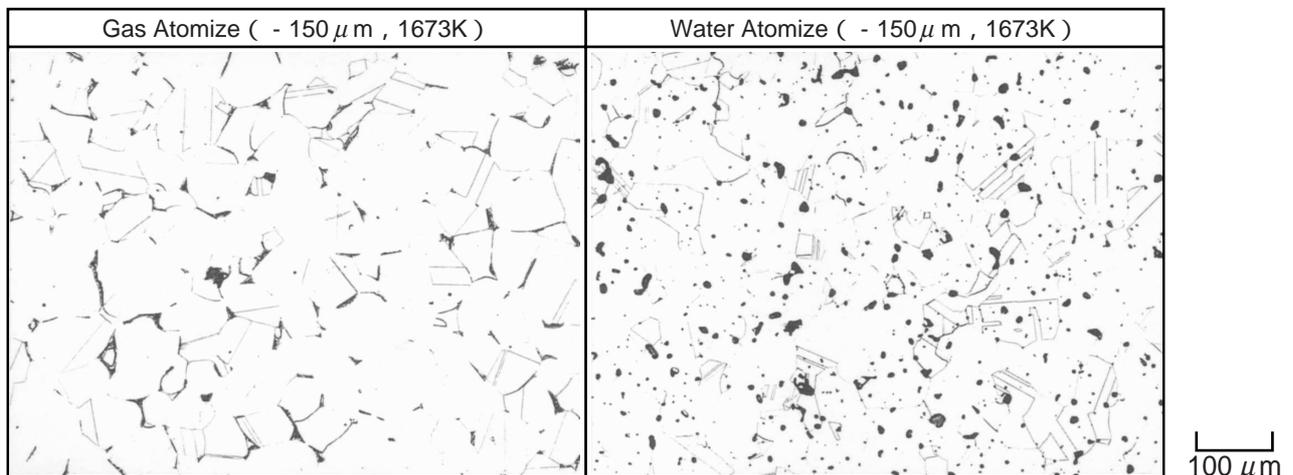


Fig. 7. Microstructures of sintered compacts.

いずれの粉末も1673K焼結時でも元の粉末の大きさを越えた結晶粒の粗大化は認められず，粉末粒界（Particle boundary）が結晶粒の異常成長をピン止めする効果があるものと思われる。

#### 4．複雑形状品の成形焼結

今回得られた結果に基づき，実際の部品を元にSUS316Lガスアトマイズ粉末（粒径： $-150\mu$ ）を複雑形状にRIP成形（成形圧力：392MPa）して焼結（焼結温度：1673K）した試作材の例をFig. 8に示す。いずれの形状においても良好に冷間成形が可能で，成形後のハンドリングにも耐える保形性を有していた。また，1673K焼結による角部のだれもみられず元の部品形状と相似形の良好な焼結形状を保っていた。ドリル形状の部品について，中心部と周辺部の断面比較を行なったが，いずれの部位においても空孔はみられず前出の密度測定結果と同様でほぼ真密度になっているものと思われる。

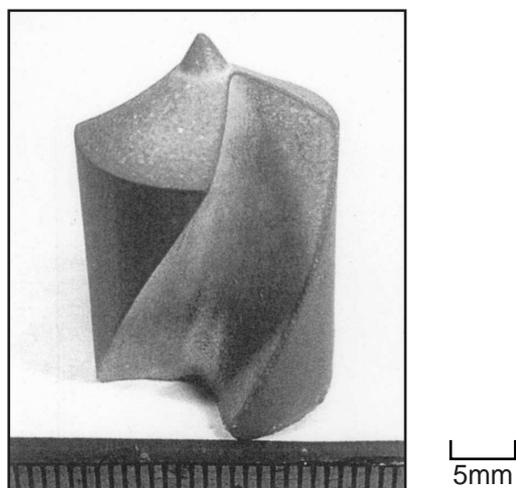


Fig. 8. View of RIP-sintered parts.

#### 5．まとめ

SUS316Lガスアトマイズ粉末の焼結挙動について水アトマイズ粉末との違いを検討することを目的として，各粉末をRIP成形して成形密度や保形性を比較すると共に焼結後の密度を比較した。その結果，ガスアトマイズ粉末はRIP法で良好に成形できハンドリングに耐えうる保形性を有していることがわかった。また1673K焼結後の密度はほぼ100%で空孔も観察されなかった。一方，水アトマイズ粉末はRIP成形による保形性は良好な反面，焼結による密度上昇はガスアトマイズ粉末よりも小さく空孔が残存していた。また，今回得られた結果を適用し，高密度の複雑形状部品を得ることを目的として，ガスアトマイズ粉末をRIP法によって実際の部品形状に成形・焼結した結果，ほぼ100%密度の複雑形状焼結品が得られることがわかった。

従来，金型成形品やMIM成形品に関する高密度化については多くの事例があるが，MIMに関する一部の報告以外は水アトマイズ粉末や還元粉末などの不規則形状粉末に関するもので，ガスアトマイズ粉末の焼結品に関する事例は少なく，全く空孔がない真密度に焼結された例もほとんどない。今回の検討によって，ガスアトマイズ粉末成形品は真密度に焼結でき，機械的性質や耐食性などについて従来焼結品では達成できなかった高品質の部品が実現できる可能性があると思われる。

#### 文 献

- 1) 木村 尚：塑性と加工，41（2000），1094．
- 2) 武川 淳二郎：粉体および粉末冶金，35（1988），641．
- 3) 笠原 範雄，大山 良隆，金子 泰成，岩崎 弘通，寒川 喜光，斉藤 勝義：粉体および粉末冶金，36（1989），178．
- 4) 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．