

平成 28 年 6 月 8 日現在

機関番号：17102

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2014～2015

課題番号：26820011

研究課題名(和文) マイクロ金属粉末射出成形のための脱脂メカニズムの解明と革新的脱脂システムの構築

研究課題名(英文) Development of innovative debinding system for micro metal injection molding

研究代表者

長田 稔子(Osada, Toshiko)

九州大学・工学(系)研究科(研究院)・助教

研究者番号：90452812

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円

研究成果の概要(和文)： 金属粉末射出成形法(MIM)のマイクロ化における非常に大きな問題は、バインダ量の増加である。本研究では $\mu$ -MIMの品質向上を狙い、まず脱脂メカニズムを解明する。さらに従来材料を根本から見直した全く新しいバインダシステムを提案する。そこで、粒径の異なる粉末を用いて混練し、バインダの最適量の検討および脱脂体の強度の評価を行った。さらに、脱脂・焼結時の変形をその場観察により評価し、粒径の小さい粉末を添加した場合に変形が少ないことがわかった。

研究成果の概要(英文)： Metal Injection Molding (MIM) process is suitable for fabricating small parts in large quantity. In order to decrease the deformation of sintered parts, powders of different sizes were mixed. The effect of powder particle distribution and powder loading on the distortion of complex shaped compacts were investigated and evaluated. Smaller deformation of the parts could be realized by using mixed powder with smaller particle.

研究分野：粉体加工学

キーワード：金属粉末射出成形 バインダ 脱脂 粒径

1. 研究開始当初の背景

金属粉末射出成形 (Metal Injection Molding, MIM) は、粉末冶金とプラスチックの射出成形を組み合わせた金属部品作製技術である。図 1 に MIM の工程を示す。金属粉末と樹脂バイндаを混合、混練した原料を射出成形し形状を付与、その後バイндаの除去 (脱脂)、粉末の焼結という過程で最終製品を得る。材料の自由度が高く、形状の自由度も高く、ネットシェイプで大量生産することが可能な有望なプロセスである。

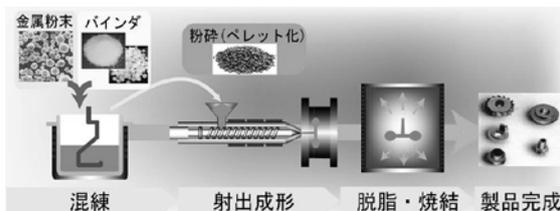


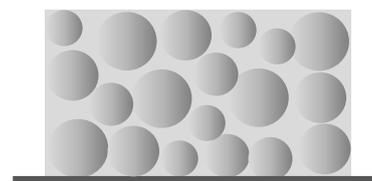
図 1 MIM の工程

小型部品や超精密構造を作製するプロセスは  $\mu$ -MIM と称され、近年注目を浴びている。 $\mu$ -MIM における原料粉末には当然ながら粒径の小さいものが必要である。このマイクロ化において、射出成形プロセスにとって非常に大きな問題が発生する。すなわち、バイнда量の増加である。一方、大型部品を作製するにはバイндаの絶対量が多くなる。肉厚部の脱脂に時間がかかる等の問題に加え、脱脂時の変形や損傷が発生し、製品の寸法精度に影響を及ぼす問題もある。

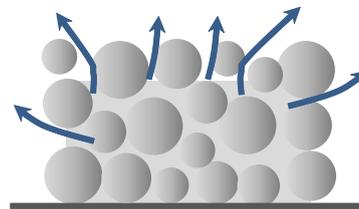
2. 研究の目的

粉末粒径が小さくなると、比表面積の増大が激しいため、粉末間の摩擦を抑えて、射出成形時の流動を容易にする必要が生じる。一般にバイндаは粉末を含めた全容積中の 4 割程度添加されるが、粒径の小さい粉末に対しては粉末粒子の 5 割から 6 割ものバイндаが必要となる。一方、バイндаは焼結前に除去する必要がある。成形体は図 2(a) に示すように、金属粉末の周囲をバイндаが覆うような状態となっている。加熱脱脂では、図 2(b) に示すように、融点の低い成分が表面から分解し、その後、低融点成分が分解して生じた空隙を他の成分が通って抜け、最終的に金属の焼結にともなって、等方収縮する。

この脱脂プロセスは最終製品の変形や欠陥に直結する射出成形プロセスの核心部である。それにもかかわらず、これまで勘と経験を頼りに樹脂の配合比を変える研究がメインに行われるだけであった。そこで、本研究ではバイндаを大量に必要とする  $\mu$ -MIM の品質向上を狙い、新たな脱脂システムを構築する。



(a) 成形体



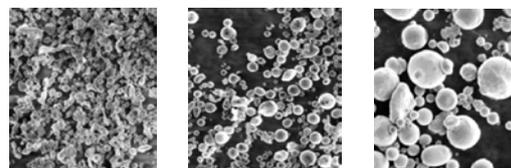
(b) 脱脂過程

図 2 成形体の模式図

これまで工業的には有機溶剤を用いた溶媒脱脂や、環境に配慮するため水を用いた脱脂、その後、加熱脱脂、触媒脱脂などが行われているが、脱脂時間が長い、内部に空隙が残存すると割れの原因になる、大きな変形が生じる、などの問題が残ったままである。とくに  $\mu$ -MIM においては、バイнда量の増大に起因し脱脂不良による影響を受けやすくなる。これまでに、脱脂挙動のその場観察および脱脂体・焼結体の顕微鏡観察による追跡により、脱脂挙動の評価を行ってきたが、粉末の粒度分布や、成形体の均質度が脱脂に及ぼす影響が大きいことがわかった。そこで、さらなる脱脂のメカニズムを解明と、新たな脱脂システムの構築を目指した。

3. 研究の方法

図 3 に示す 3 種類の SUS316L 粉末で、平均粒径がそれぞれ  $2\ \mu\text{m}$ 、 $4\ \mu\text{m}$ 、 $14\ \mu\text{m}$  のものを用い、粒度分布を調整した試料で、脱脂のメカニズムを解明した。Large 粉末 100 vol% (以下 L100)、Large に Medium を 50 vol% 添加 (以下 M50)、Large に Fine を 50 vol% 添加 (以下 F50) の 3 種類の混合粉末を、それぞれ、粉末およびパラフィンワックススペースのバイндаとの体積比を 69:31 として混練を行った。



(a) Fine

(b) Medium

(c) Large

図 3 使用粉末

混練した材料は射出成形により、小型のダンベル形状の試験片を作製した。その後、ヘプタン気相中での溶媒脱脂と、加熱による 2 段階の脱脂を行った。まず、溶媒脱脂としてこれまで利用していたヘプタン気相中での脱脂について詳細に検討を行った。ヘプタン

量, 昇温時間, 保持時間, さらに, 成形体を覆うアルミナ量や, アルミナへの負荷荷重を変化させた場合の脱脂率を調査した.

また, 新規脱脂システムとして, 超臨界二酸化炭素流体の利用を試み, 脱脂時間の短縮や, 健全な脱脂体の作製を検討した.

#### 4. 研究成果

小型成形機を用いて, 新規作製した図4に示すスパイラルフロー金型を用いて, 粒度分布の異なる粉末を用いた原料の流動性を調査した結果, 図5に示すように, 混合粉末が小さいほど流動性が低下することがわかった.



図4 スパイラルフロー金型

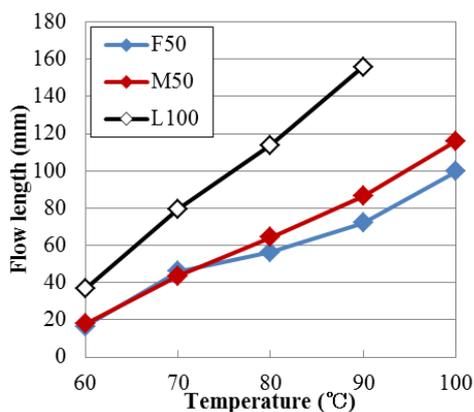


図5 流動長

次に, 試験片を作製し, MIM 工程中での変形量を調査した結果, 図6に示すように, 粉末粒径の小さい50はL100の1/2程度の変形量であることがわかり, 変形は, 溶媒脱脂時と加熱脱脂後の焼結時に生じやすいことがわかった.

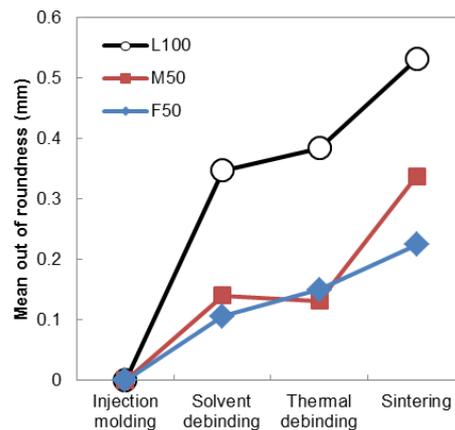


図6 プロセス中の変形量の変化

そこで, F50の脱脂・焼結時の変形量をその場観察により測定した. 試験片の両端を固定し, 中央部のたわみ量を調査した. 結果を図7に示す. 脱脂体には変形が生じず, 焼結時の収縮にともなって変形が増大する様子が観察された. さらに, この際の脱脂体表面を観察したところ, 図8(a)のように800°Cではバインダが見られず, 大きい粉末の周囲を小さい粉末が埋めるように存在しており, 図8(b)の1000°Cで粒径の小さい粉末の焼結が進行して大きい粉末を固定するようにネック形成していることが観察でき, 1200°Cでは図8(c)のように焼結の進行により粉末形状が消失し, 緻密な表面を示していることが観察できた. F50の変形量が小さかった理由は, この粒径の小さい粉末が大きな粉末の間に入り込むことで変形を抑制し, さらに, 粒径の小さい粉末が先に焼結を開始することで大きな粉末を固定することによるものと考えられる.

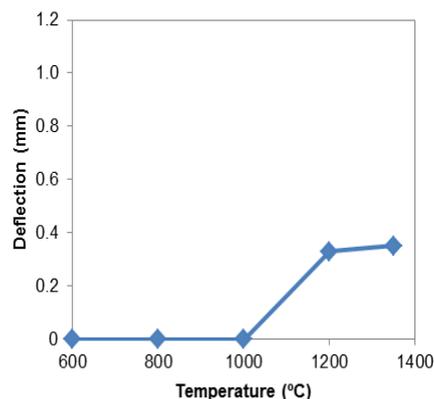
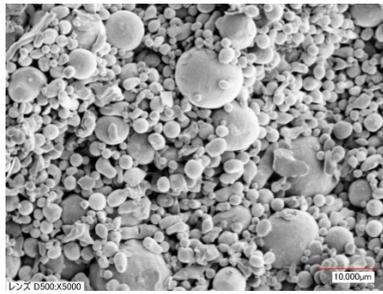
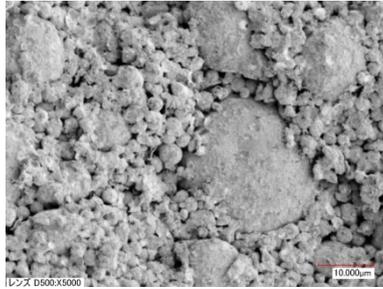


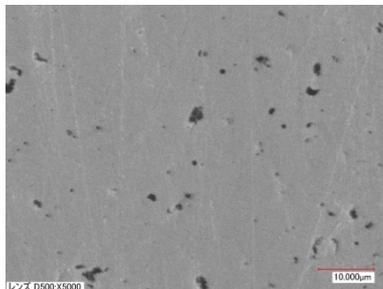
図7 F50の脱脂・焼結時の変形量



(a) 800 °C



(b) 1000 °C



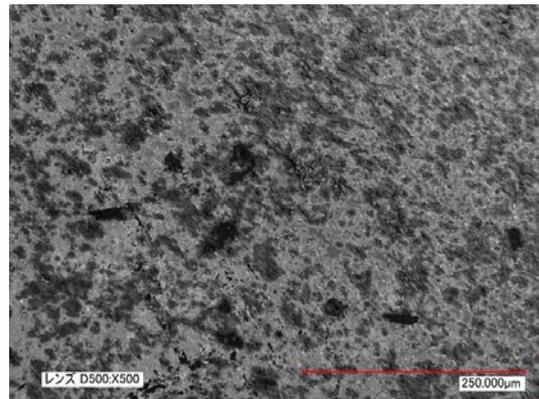
(c) 1200 °C

図 8 F50 脱脂体の表面観察結果

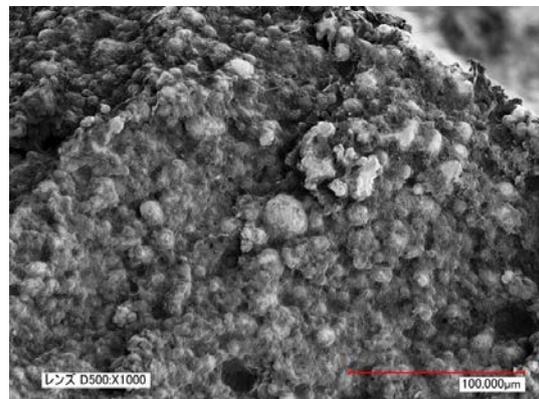
次に、超臨界流体中での脱脂を検討した。100 cc の容器中にサンプルを投入し、脱脂条件は 40 °C、20 MPa、30 分とした。脱脂後の試験片の外観を図 9 に示す。試験片表面に白い付着物が確認され、これは、図 10(a)からも、脱脂後に再付着したバインダであると思われる。重量の減少率は 1 % 程度であり、バインダ全体の 20 % 程度は除去されている。脱脂体の断面観察の結果を図 10(b) に示す。バインダの一部が除去できており、粉末の表面が露出している部分が多く、20 % 以上の脱脂率の断面であると考えられる。脱脂体表面に再付着したバインダの分量がみかけ脱脂率を低下させている原因となっていると考えられる。超臨界脱脂は、脱脂時間の短縮化に有効な手段であったが、脱脂条件はさらに検討の必要があることもわかった。



図 9 脱脂体外観写真



(a) 脱脂体表面



(b) 脱脂体断面

図 10 超臨界脱脂体

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 1 件)

- (1) Ryuichi HASHIKAWA, Toshiko OSADA,  
Kentaro KUDO, Fujio TSUMORI, and  
Hideshi MIURA  
Control the Distortion of the Large and  
Complex Shaped Parts by the Metal  
Injection Molding Process  
Journal of the Japan Society of Powder and  
Powder Metallurgy, Vol. 63, in press, 査読  
有り.

〔学会発表〕(計 4 件)

- (1) Toshiko OSADA, Kentaro Kudo, Ryuichi  
HASHIKAWA, Fujio TSUMORI, Hideshi  
MIURA,  
Control the Deformation of MIM Parts by  
the Powder Size Distribution,  
World PM2016, (2016 年 10 月), ハンブル  
グ, ドイツ.
- (2) Ryuichi HASHIKAWA, Toshiko OSADA,  
Kentaro KUDO, Fujio TSUMORI, and  
Hideshi MIURA  
Control the Distortion of the Large and  
Complex Shaped Parts by the Metal  
Injection Molding Process  
The 3rd International Conference on  
Powder Metallurgy in Asia (APMA2015),  
(2015 年 11 月), 京都.
- (3) 長田稔子  
MIM 大形部品の変形に及ぼす原料粉末  
粒度分布の影響  
粉体粉末冶金協会, 第 26 回射出成形技  
術・評価研究会, (2014 年 10 月), 京都.
- (4) 長田稔子, 櫻井亮輔, 徐楊, 津守不二夫,  
三浦秀士, 戸田欽二  
原料粉末粒度分布制御による MIM 大形  
複雑形状品の変形抑制  
粉体粉末冶金協会平成 26 年度春季大会,  
(2014 年 6 月), 東京.

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

長田 稔子 (Toshiko OSADA)

九州大学 大学院工学研究院 助教

研究者番号 : 90452812