

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷
B22F 5/06
B22F 3/12 B22F 3/20
B23G 1/00



[12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 00131391.6

[45] 授权公告日 2003 年 11 月 5 日 [11] 授权公告号 CN 1126623C

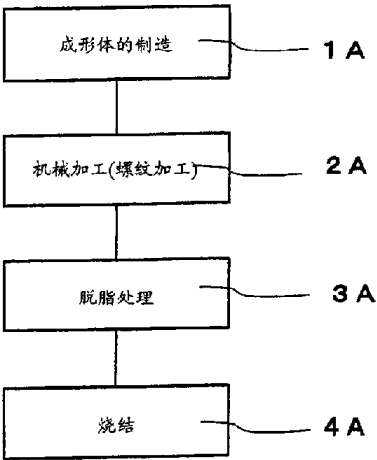
[22] 申请日 2000.8.12 [21] 申请号 00131391.6
[30] 优先权
[32] 1999.8.12 [33] JP [31] 228736/1999
[71] 专利权人 精工爱普生株式会社
地址 日本东京都
[72] 发明人 坂田正昭 林纯一
审查员 陈 勇

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 杨丽琴

权利要求书 1 页 说明书 17 页 附图 5 页

[54] 发明名称 螺钉的制造方法
[57] 摘要

提供可以容易地形成期望的空心孔，可以获得加工性良好的螺钉的螺钉制造方法。该螺钉的制造方法例如包括通过挤压成形来制造包含金属粉末的成形体的工序(A)(1A)，对成形体进行脱脂的工序(B)(3A)，和烧结脱脂体并获得烧结体的工序(C)(4A)，在工序(A)结束后不久，实施包括螺纹加工的机械加工。此外，本发明的螺钉的制造方法将工序③分成预烧结(一次烧结)和主烧结(二次烧结)来进行，通过对预烧结后的一次烧结体实施包括螺纹加工的机械加工，也可以制造螺钉。



ISSN 1008-4274

- 1.一种螺钉的制造方法，其特征在于，它包括：
使用包含原料粉末的混合物，通过挤压成形以成形带有空心孔的棒状成形
5 体的工序 A；
对所述成形体进行脱脂的工序 B；和
烧结所述脱脂体获得烧结体的工序 C；
在所述工序 A 结束后，实施包括至少一次螺纹加工的机械加工。
- 2.如权利要求 1 所述的螺钉的制造方法，在所述工序 A 和所述工序 B 之间，
10 对由所述工序 A 得到的成形体实施包括所述螺纹加工的机械加工。
- 3.如权利要求 1 所述的螺钉的制造方法，在所述工序 B 和所述工序 C 之间，
对所述工序 B 得到的脱脂体实施包括所述螺纹加工的机械加工。
- 4.如权利要求 1 所述的螺钉的制造方法，在所述工序 C 之后，对由所述工
序 C 得到的烧结体实施包括所述螺纹加工的机械加工。
- 15 5.如权利要求 1 所述的螺钉的制造方法，所述工序 C 分成多次烧结工序来
进行。
- 6.如权利要求 5 所述的螺钉的制造方法，所述工序 C 包括预烧结脱脂体获
得一次烧结体的工序，和对一次烧结体进行主烧结得到二次烧结体的工序；
对所述一次烧结体实施包括所述螺纹加工的机械加工。
- 20 7.如权利要求 1 至 6 中任何一项所述的螺钉的制造方法，所述空心孔的烧
结结束后的直径在 1.5mm 或以下。
- 8.如权利要求 1 至 6 中任何一项所述的螺钉的制造方法，所述挤压成形的
挤压压力在 1000kgf/cm² 或以下。
- 9.如权利要求 1 至 6 中任何一项所述的螺钉的制造方法，所述原料粉末为
25 金属粉末或陶瓷粉末。
- 10.如权利要求 1 至 6 中任何一项所述的螺钉的制造方法，所述最终得到的
烧结体的孔隙率低于 7%。
- 11.如权利要求 1 至 6 中任何一项所述的螺钉的制造方法，所述螺钉在减压
下或真空中使用。

螺钉的制造方法

5 技术领域

本发明涉及利用烧结体的螺钉制造方法。

背景技术

在半导体制造装置内部使用的螺钉处于高真空环境中，但在所述螺钉的前端部分和所述装置侧的阴螺纹部分之间如果螺钉固定时的空气残留下来，那么
10 就存在该空气泄漏在保持预定高真空的装置内（漏泄），使真空度下降的问题。

作为该问题的解决方法，可列举出通过使用带有贯通螺钉整个长度的空心孔，通过空心孔排出螺钉前端部分的残留空气的方法。

在这样的螺钉中，空心孔由钻孔加工和放电加工来形成。

在钻孔加工的情况下，就形成细孔来说，必须有与孔径对应的细钻孔，但
15 在需要很大力的钻孔加工中，细钻孔的强度和耐久性方面容易产生问题。特别就形成长孔来说，由于钻孔变长，所以更容易折断，此外，钻孔的振动也变大，使钻孔容易破损。

此外，在放电加工的情况下，就形成细孔来说，与其它加工方法相比，可以比较容易形成细孔，但加工成本上升，螺钉变得昂贵。此外，形成长孔在放
20 电加工装置的限制上有困难。

而且，在螺钉的原材料为难加工材料的情况下，就上述两种加工方法来说，不可能完成或必然需要比通常更多的时间和劳动力。

如以上说明，就以往的螺钉的制造方法来说，存在对空心孔的直径和长度有限制，并且受限于适当材料的缺点。

25 发明内容

本发明的目的在于提供可以容易地形成期望的空心孔，可以获得加工性良好的螺钉的螺钉的制造方法。

为了实现上述目的，本发明涉及螺钉的制造方法，其特征在于，该方法包括：
使用包含原料粉末的混合物，通过挤压成形来成形带有空心孔的棒状成形
30 体的工序（A）；

对所述成形体进行脱脂的工序（B）；和

烧结所述脱脂体获得烧结体的工序（C）；

在所述工序(A)结束后,实施包括至少一次螺纹加工的机械加工。

由此,可以加工性、生产率良好并且尺寸精度高地制造带有空心孔的螺钉。此外,即使是难以加工的复杂形状、微细形状和硬质材料,也可以制造。

在所述工序(A)和所述工序(B)之间,对由所述工序(A)得到的成形体最好实施包括所述螺纹加工的机械加工。

由此,与最终烧结体相比,由于对硬度低的烧结前的成形体进行机械加工,所以不管原料粉末的组成和种类如何,都可以容易地、即在良好的加工性下进行机械加工。因此,容易控制形状和尺寸,提高加工部位的尺寸精度,还可以进行复杂微细形状的加工。

10 较好是,在所述工序(B)和所述工序(C)之间,对所述工序(B)得到的脱脂体实施包括所述螺纹加工的机械加工。

由此,与最终烧结体相比,由于对硬度低的烧结前的成形体进行机械加工,所以不管原料粉末的组成和种类如何,都可以容易地、即在良好的加工性下进行机械加工。因此,容易控制形状和尺寸,提高加工部位的尺寸精度,还可以进行复杂微细形状的加工。

此外,较好 在所述工序(C)之后,对由所述工序(C)得到的烧结体实施包括所述螺纹加工的机械加工。

这样,在对烧结体实施机械加工的情况下,与对脱脂前的成形体和脱脂体实施机械加工的情况相比,加工时的螺钉形状、尺寸的变动少,与螺钉部分相关的尺寸误差特别小,可获得优良的尺寸精度。

所述工序(C)最好分成多次烧结工序来进行。

由此,烧结的效率提高,可以用更短的烧结时间来进行烧结,生产率提高。

而且,较好,所述工序(C)包括预烧结脱脂体获得一次烧结体的工序,和对一次烧结体进行主烧结得到二次烧结体的工序;

25 对所述一次烧结体实施包括所述螺纹加工的机械加工。

由此,与最终烧结体相比,由于对硬度低的一次烧结体进行机械加工,所以不管原料粉末的组成和种类如何,都可以容易地、即在良好的加工性下进行机械加工。因此,容易控制形状和尺寸,加工部位等的尺寸精度提高,还可以进行复杂微细形状的加工。而且,与对脱脂前的成形体和对脱脂体实施机械加工的情况相比,由于进行预烧结,所以加工时的螺钉形状、尺寸变动少,与螺

钉部分有关的尺寸误差特别小，尺寸精度提高。

此外，所述空心孔的烧结结束后的直径最好在 1.5mm 或以下。

由此，即使比较小直径的螺钉，也可以防止壁厚变薄，可以确保充分的强度。

此外，所述挤压成形的挤压压力最好在 1000kgf/cm² 或以下。

- 5 由此，不必因高温和高压加大对挤压成形装置的大负荷，可以进行良好的成形。

此外，所述原料粉末以金属粉末或陶瓷粉末为好。

由此，可以获得比较硬质的螺钉、具有耐热性和耐腐蚀性的螺钉。

此外，所述最终得到的烧结体的孔隙率最好低于 7%。

- 10 由此，有助于产生烧结体的高密度，同时可以获得高强度、尺寸精度高、防止烧结缺陷的更良好的外观，此外，烧结的效率 high，可以用更短的烧结时间进行烧结，生产率提高。

所述螺钉最好是可在减压下或真空中使用者。

由此，可以进行通过空心孔的通气，有助于螺钉使用环境的真空度保持。

- 15 因此，例如，适用于真空镀敷装置、溅射装置、半导体制造装置的腔室内等中使用的螺钉。

参照附图，通过以下实施例的说明，就会明白上述或除此以外的本发明的目的、结构和效果。

附图说明

- 20 图 1 是表示本发明的螺钉的制造方法的第一实施例的工序图。
图 2 是表示本发明的螺钉的制造方法的第二实施例的工序图。
图 3 是表示本发明的螺钉的制造方法的第三实施例的工序图。
图 4 是表示本发明的螺钉的制造方法的第四实施例的工序图。
图 5 是表示按本发明的螺钉的制造方法制造的螺钉一例的平面图。

- 25 具体实施方式

以下，详细说明本发明的螺钉的制造方法。

图 1 是表示本发明的螺钉的制造方法的第一实施例的工序图，图 5 是表示按本发明的螺钉的制造方法制造的螺钉一例的平面图。

- 30 如图 5 所示，在本实施例中制造的螺钉 1 由头部 2、壳体部分 3、前端部分 4 构成，在头部 2 和前端部分 4 之间配置壳体部分 3。在头部 2 的中心部分，形成六角孔 7，在前端部分的外周上，形成螺纹（阳螺钉）6。而且，在螺钉 1

的中心部分,形成贯通螺钉整个长度的空心孔 5。空心孔 5 的底端与螺钉孔 7 连通,空心孔 5 的前端向螺钉 1 的前端面 8 的中心开放。这种螺钉适合在减压或真空下使用(例如,在真空镀敷装置、溅射装置、半导体制造装置的腔室内等中使用)。

5 以下,说明螺钉的制造方法的第一实施例。

[1A]成形体的制造

在本发明中,使用包含原料粉末的混合物(复合物)按照挤压成形法来制造成形体。

该挤压成形法是在缸筒中供给混合物,经加压从模具(成形金属模)的口
10 部挤压出,一边矫正横截面形状一边连续挤压的加工方法。该加工方法有可以连续地制造长尺寸的成形体的优点。

特别在加热缸筒和成形金属模挤压成形的情况下,可以减少混合物的挤压阻抗,在成形性方面更好。

以下,说明挤压成形法的成形体的制造。

15 首先,准备原料粉末和结合材料(有机粘合剂),利用混炼机混炼它们,得到混炼物。

就该原料粉末来说,可列举出金属粉末和陶瓷粉末等。

作为构成金属粉末的金属材料(以下简单地称为‘金属材料’),没有特别限定,例如,可列举出 Fe、Ni、Co、Cr、Mn、Zn、Pt、Au、Ag、Cu、Pd、Al、
20 W、Ti、V、Mo、Nb、Zr 等中的至少一种,或包含(为主)它们中的至少其中一种的合金。

特别是,在本发明中,由于可实现加工性的提高,所以最终得到的烧结体的金属材料最好有比较高的硬度或成为难加工性的材料。而且,最好具有可以忍耐半导体制造装置等中使用的反应性气体的耐腐蚀性和可以忍耐高温的耐热
25 性的材料。作为其具体例,可列举出 Ni 系合金(例如,NCF600、NCF690 等)、Fe 系合金(例如,不锈钢: SUS304、SUS310S、SUS316、SUS317、SUS329J1、SUS410、SUS430、SUS440、SUS630)、Ti 或 Ti 系合金、W 或 W 系合金、Co 系超硬合金、Ni 系金属陶瓷等。

此外,金属粉末的平均粒径没有特别限定,但通常在 150 μ m 或以下,在
30 0.1~60 μ m 左右更好。如果平均粒径过大,对其它条件来说,烧结密度的提高

会变得不充分。

再有，金属粉末的制造方法没有特别限定，例如，可以使用按照水或气体雾化法、还原法、羰基法、粉碎法等制造的粉末，但雾化法最好。在本实施例中，特别采用通过气体雾化法制造的金属粉末。按照气体雾化法制造的金属粉末，其颗粒形状接近球形，即使比较少的结合材料，也可获得混合物的良好流动性，使后面论述的挤压成形的挤压条件范围宽，可以抑制产生成形体的缺陷。因此，可以提高烧结体（螺钉）的机械特性。

其次，作为构成陶瓷粉末的陶瓷材料（以下简称称为‘陶瓷材料’），没有特别限定，例如，可列举出 ZrO_2 （包含部分稳定化氧化锆）、 Y_2O_3 、 Al_2O_3 、 TiO_2 那样的氧化物系陶瓷， WC 、 TiC 、 ZrC 、 SiC 、 B_4C 那样的碳化物系陶瓷，以及 TiN 、 AlN 、 Si_3N_4 、 ZrN 、 BN 那样的氮化物系陶瓷等的非氧化物陶瓷。也可以使用混合这些陶瓷中的两种或以上的混合粉末。

此外，陶瓷粉末的平均粒径没有特别限定，但通常在 $50\mu m$ 或以下，在 $0.05\sim 40\mu m$ 左右更好。如果平均粒径过大，对其它条件来说，烧结密度的提高会变得不充分。

再有，陶瓷粉末的制造方法没有特别限定，例如，可以使用按照粉碎、喷雾热分解法、共沉淀法、玻璃结晶法、溶胶凝胶法制造的粉末。

作为结合材料，例如，可列举出聚乙烯、聚丙烯、乙烯-醋酸乙烯酯共聚物等聚烯烃、聚甲基丙烯酸甲酯、聚丁基丙烯酸甲酯等丙烯酸系树脂、聚苯乙烯等苯乙烯系树脂、聚氯乙烯、聚偏二氯乙烯、聚酰胺、聚酯、聚乙烯醇、或它们的共聚物等的各种树脂，以及各种蜡、石蜡、高级脂肪酸（例：硬脂酸）、高级醇、高级脂肪酸酯、高级脂肪酸酰胺等，可以混合使用这些物质中的一种或两种或以上。

此外，还可以添加可塑剂。作为可塑剂，例如，可列举出邻苯二甲酸酯（例：DOP、DEP、DBP）、己二酸酯、三苯二甲酸酯、癸二酸酯等，可以混合使用这些物质中的一种或两种或以上。

再有，在所述混炼时，除了所述金属粉末、结合材料、可塑剂以外，例如，可以依据需要来添加润滑剂、抗氧化剂、脱脂加速剂、表面活性剂等各种添加物。

混炼条件根据使用的金属粉末或陶瓷粉末的组成和粒径、结合材料、添加

剂的组成和其配量等诸条件有所不同，但如果列举其一例，可以有混炼温度：50~250℃左右，混炼时间：20~210 分钟左右。

接着，使用按上述得到的混炼物，利用挤压成形机进行挤压，制造期望形状、尺寸的成形体。

- 5 这种情况下，通过选择在挤压成形机中安装的挤压模具（成形金属模），可以容易地制造形成贯通成形体整个长度的空心孔的成形体。此外，通过设定适度的缸筒温度、挤压模具温度（成形金属模温度）、挤压速度、挤压压力等，用缸筒加热的混炼物在通过所述模具中被冷却固化。由此，可以连续地制造长尺寸的成形体。该成形体被切断成期望的长度，得到棒状的成形体。

- 10 再有，制造成形体的形状、尺寸按估计由以后的脱脂和烧结产生的成形体的收缩部分来决定。

作为挤压成形条件，根据使用的原料粉末的组成和粒径、结合材料的组成和其配量等诸条件有所不同，但如果列举其一例，那么缸筒温度最好在 100~350℃左右，成形金属模温度最好在 30~150℃左右，挤压速度最好在

- 15 0.1~50mm/sce 左右，挤压压力最好在 1000kgf/cm² 或以下。

通过达到这样的范围，不会因高温和高压加大对挤压成形装置的大负荷，可以进行良好的成形。

- 成形体中原料粉末的含量在 80~98wt%左右较好，在 85~98wt%左右更好。低于 80wt%时，烧结成形体时的收缩率增大，尺寸精度下降。此外，如果超过
20 98wt%，那么由于相对的结合材料的含量减少，所以成形时的流动性不足，不能或难以挤压成形，或使成形体的组成不均匀。

[2A]包括成形体的螺纹加工的机械加工

对由所述工序[1A]获得的棒状成形体实施包括螺纹加工的机械加工。通过以下那样的机械加工来形成图 5 所示的螺钉 1。

- 25 作为该机械加工的种类，例如，可列举出螺纹加工、开孔加工（螺纹孔 7 的形成）、磨削加工、研磨加工等，可以组合进行包括这些螺纹加工的一种加工或两种以上的加工。

在形成图 5 所示的螺钉的情况下，其加工的形状和尺寸按估计由以后的脱脂和烧结产生的成形体的收缩部比来决定。

- 30 以下，说明对成形体实施的机械加工。

首先，在成形体的外径与头部 2 的直径相等的情况下，由头部 2 对前端侧的外周面进行磨削，形成细径。由此，形成壳体部分 3 和螺纹牙底形成的前端部分 4。接着，对前端部分 4 使用转盘等实施螺纹加工，形成螺纹部分 6。此外，在头部 2 中利用开孔加工形成六角孔。根据需要，在头部 2 的外周上，也可以实施花纹凹槽（槽）加工。此外，也可以实施除去毛刺的研磨加工。

通过以上步骤，得到带有空心孔的螺钉成形体。

此外，该螺钉的螺距按 0.5mm 或以上来设计较好，按 1.0mm 或以上来设计更好。螺距值过小的情况下，钻孔加工的成形体在以后的烧结时难以维持螺纹部分 6 的尺寸精度，稳定性差。

10 由于这种烧结前的成形体与烧结体相比硬度低，所以不管原料粉末的组成如何，都可以容易地进行这样的机械加工。就是说，加工性良好。因此，容易控制形状和尺寸，尺寸精度提高。此外，与对烧结体进行加工的情况相比，有利于包括螺纹加工的复杂微细形状的加工。

这样机械加工过的螺钉的种类可列举出公制螺钉、英制螺钉、威氏螺钉、
15 统一螺钉那样的三角螺钉、锥形螺钉、梯形螺钉等螺钉。

[3A]成形体的脱脂处理

对由上述工序[2A]进行机械加工的成形体实施脱脂处理（去粘合剂处理）。

作为该脱脂处理，没有特别限定，但在非氧化气氛，例如减压（真空）状态下（例如， $1 \times 10^{-2} \sim 10^{-6}$ Torr）或在氮气、氩气等惰性气体中通过进行热处理来进行脱脂处理。

20 这种情况下，作为脱脂处理的条件，在温度 150~750℃左右进行 0.5~40 小时左右的脱脂处理较好，更好在温度 250~650℃左右进行 1~24 小时左右的脱脂处理。

此外，这种热处理产生的脱脂也可以按各种目的（例如，脱脂时间缩短的目的）分成多个工序（阶段）来进行。这种情况下，例如，可列举出按前半部分为低温，后半部分为高温来进行脱脂处理的方法，以及反复进行低温和高温的方法。

此外，也可以将与上述热处理组合的脱脂气氛压力分成多个工序（阶段）来进行。这种情况下，例如，可列举出按前半部分为减压（例如， 1×10^{-3} Torr）
30 状态，后半部分为常压来进行脱脂处理方法，以及反复进行减压和常压的方法。

通过使热处理与气氛压力组合，可以对成形体高效率地进行脱脂处理。

再有，该脱脂处理也可以按其它方法来进行，例如，可通过使用特定的溶剂（液体、气体）使结合材料和添加剂中的特定成分被溶解析出来进行脱脂处理。

5 [4A]成形体的烧结

在烧结炉中烧制烧结以上得到的脱脂体，制造金属烧结体和陶瓷烧结体。

通过烧结，原料粉末进行扩散、粒生长，变为结晶粒。这种情况下，空隙被消减，作为整体，可得到致密即高密度低孔隙率的烧结体。

10 烧结的烧结温度，例如，在金属组成为 Ni 或 Ni 系合金的情况下达到 950~1500℃左右较好，更好达到 1000~1450℃左右，在 Fe 或 Fe 系合金的情况下，达到 1000~1500℃左右较好，更好达到 1050~1450℃左右，在 Ti 或 Ti 系合金的情况下，达到 950~1500℃左右较好，更好达到 1000~1450℃左右。

此外，在陶瓷组成为氧化物系陶瓷的情况下，达到 1300~2000℃左右较好，更好达到 1400~1850℃左右，在碳化物系陶瓷的情况下，达到 1400~2150℃左右较好，更好达到 1500~2150℃左右，在氮化物系陶瓷的情况下，达到 1300~1900℃左右较好，更好达到 1400~1850℃左右。

再有，烧结温度在上述范围内或范围外也可以随时间作经时性变动（上升或下降）。

20 烧结时间在上述烧结温度情况下为 0.5~8 小时左右较好，更好为 1~5 小时左右。

此外，烧结气氛在原料粉末为金属粉末的情况下没有特别限定，但减压（真空）下或形成非氧化性气氛较好。由此，防止因金属氧化产生的特性劣化，同时有助于烧结体的孔隙率的降低。在原料粉末为氧化物系陶瓷的情况下，大气下或形成惰性气体气氛较好。在原料粉末为碳化物系陶瓷或氮化物系陶瓷的情况下，形成惰性气体气氛较好。由此，有助于烧结体的孔隙率的降低。

25 作为优选的烧结气氛，在原料粉末为金属粉末的情况下，在 1Torr 或以下（更好为 1×10^{-2} ~ 1×10^{-6} Torr）的减压（真空）下较好，或者是 1~760Torr 的氮气、氩气等惰性气体气氛或者 1~760Torr 的氢气气氛较好。在原料粉末为氧化物系陶瓷的情况下，为 1~760Torr 的氮气、氩气等惰性气体气氛或者 1~760Torr 的大气气氛较好。在原料粉末为碳化物系陶瓷或氮化物系陶瓷的情况下，为

1~760Torr 的氮气、氩气等惰性气体气氛较好。

再有，烧结气氛也可以在烧结中途改变。例如，最初在 $1 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr 的减压（真空）下，在中途可以替代上述那些惰性气体。

通过按以上条件进行烧结，可以降低烧结体的孔隙率。该烧结体的孔隙率
5 低于 7% 较好，低于 5% 更好。就是说，孔隙率的降低有助于烧结体的高密度，同时可得到高强度、高尺寸精度、防止烧结缺陷、更良好的外观品质，此外，烧结的效率，可以用更短的烧结时间进行烧结，生产率提高。

此外，烧结也可以按两个阶段或两个阶段以上来进行。例如，可以进行烧结条件不同的一次烧结和二次烧结。这种情况下，可以使二次烧结的烧结温度
10 比一次烧结的烧结温度高。由此，烧结效率进一步提高，可以实现孔隙率的进一步降低。

这种烧结体（螺钉）的形状、尺寸按估计由以后的脱脂和烧结产生的成形体的收缩比来决定加工，如果列举其一例，那么烧结后的螺纹部分 6 的外径在 3mm 或以上较好，在 5~20mm 左右更好。螺纹部分 6 的外径过小的情况下，
15 螺钉的强度下降，在比较长的情况下容易折断。

螺钉中形成空心孔的尺寸由估计烧结产生的成形体的收缩比来决定。烧结后的空心孔的直径没有特别限定，但在 1.5mm 或以下较好，在 0.3~1.3mm 左右更好。如果空心孔的直径过大，那么在比较小直径的螺钉情况下，烧结体（螺钉）壁厚相对变薄，有时会强度不够。

20 再有，在本发明中，按任意目的，可以有工序[1A]的前工序、工序[1A]~[4A]之间存在的中间工序，或者可以有工序[4A]的后工序。

当然，在工序[2A]后，例如也可以进行用于去毛刺和调整形状的机械加工（二次机械加工）、化学处理等。

下面，说明本发明的烧结体制造方法的第二实施例。

25 图 2 是表示本发明的烧结体制造方法的第二实施例的工序图。该第二实施例在成形体的脱脂后进行机械加工，除此以外，与上述第一实施例相同。

[1B]成形体的制造

与上述工序[1A]相同。

[2B]成形体的脱脂处理

30 与上述工序[3A]相同。

[3B]包括脱脂体的螺纹加工的机械加工

对由所述工序[2B]获得的脱脂体实施包括螺纹加工的机械加工。

机械加工可列举出与上述工序[2A]所述相同的加工。

- 5 由于脱脂体与烧结体相比硬度低，所以不管原料粉末的组成如何，都可以容易地进行这种机械加工。就是说，加工性良好。因此，即使进行螺纹加工，也容易控制其形状和尺寸，尺寸精度提高。此外，与对烧结体进行加工的情况相比，有利于复杂微细形状的加工。

这样得到的螺钉的种类与上述工序[2A]所述情况相同。

[4B]成形体的烧结

- 10 与上述工序[4A]相同。

再有，在本发明中，按任意目的，也可以有在工序[1B]的前工序、工序[1B]~[4B]之间存在的中间工序，此外，也可以有工序[4B]的后工序。

当然，在工序[3B]后，例如也可以进行用于去毛刺和调整形状的机械加工（二次机械加工）、化学处理等。

- 15 下面，说明本发明的烧结体制造方法的第三实施例。

图 3 是表示本发明的烧结体制造方法的第三实施例的工序图。该第三实施例在烧结处理后对成形体进行机械加工，除此以外，与上述第一实施例相同。以下，一边参照各图一边进行说明。

[1C]成形体的制造

- 20 与上述工序[1A]相同。

[2C]成形体的脱脂处理

与上述工序[3A]相同。

[3C]成形体的烧结

与上述工序[4A]相同。

- 25 [4C]包括烧结体的螺纹加工的机械加工

对由上述工序[3C]得到的烧结体实施包括螺纹加工的机械加工。

机械加工可列举出与上述工序[2A]说明的相同加工。

- 30 由于烧制后的烧结体被压密，原料粉末的分散性提高，所以在对这样的烧结体实施机械加工的情况下，与对脱脂前的成形体和脱脂体进行机械加工的情况相比，加工时的螺钉的形状、尺寸变动少，特别是与螺纹部分 6 有关的尺寸

误差小，尺寸精度提高。

这样得到的螺钉的种类与上述工序[2A]所述的情况相同。

再有，在本发明中，按任意目的，也可以有在工序[1C]的前工序、工序[1C]~[4C]之间存在的中间工序，此外，也可以有工序[4C]的后工序。

- 5 当然，在工序[4C]后，例如也可以进行用于去毛刺和调整形状的机械加工（二次机械加工）、化学处理等。

下面，说明本发明的烧结体制造方法的第四实施例。

- 图 4 是表示本发明的烧结体制造方法的第四实施例的工序图。该第四实施例在成形体的一次烧结（预烧结）后，在预烧结体上实施包括螺纹加工的机械
10 加工，除此以外，与上述第一实施例相同。以下，参照各图进行说明。

[1D]成形体的制造

与上述工序[A]相同。

[2D]成形体的脱脂处理

与上述工序[3A]相同。

- 15 [3D]成形体的一次烧结（预烧结）

在烧结炉中烧制如以上那样得到的脱脂体，进行一次烧结，制造金属烧结体和陶瓷烧结体。

- 一次烧结至少在达到原料粉末之间的接点处于扩散结合状态下进行较好。通过进行这样的一次烧结，形状稳定性增加，在以后的工序中，可以确实防止
20 成形体（一次烧结体）的分裂、欠损、细裂纹等缺陷的发生，操作性提高。

一次烧结的烧结温度，例如，在金属组成为 Ni 或 Ni 系合金的情况下达到 750~1300℃左右较好，更好达到 850~1250℃左右，在 Fe 或 Fe 系合金的情况下，达到 700~1300℃左右较好，更好达到 800~1250℃左右，在 Ti 或 Ti 系合金的情况下，达到 700~1200℃左右较好，更好达到 800~1150℃左右。

- 25 此外，在陶瓷组成为氧化物系陶瓷的情况下，达到 800~1500℃左右较好，更好达到 950~1350℃左右，在碳化物系陶瓷的情况下，达到 850~1500℃左右较好，更好达到 950~1400℃左右，在氮化物系陶瓷的情况下，达到 800~1500℃左右较好，更好达到 950~1300℃左右。

- 再有，一次烧结的烧结温度在上述范围内或范围外也可以随时间作经时性
30 变动（上升或下降）。

一次烧结时间在上述烧结温度情况下为 0.2~6 小时左右较好, 更好为 0.5~4 小时左右。

此外, 烧结气氛在原料粉末为金属粉末的情况下没有特别限定, 但减压(真空)下或形成非氧化性气氛较好。由此, 防止因金属氧化产生的特性劣化, 同时有助于烧结体的孔隙率的降低。在原料粉末为氧化物系陶瓷的情况下, 大气下或形成惰性气体气氛较好。在原料粉末为碳化物系陶瓷或氮化物系陶瓷的情况下, 形成惰性气体气氛较好。由此, 有助于烧结体的孔隙率的降低。

作为优选的烧结气氛, 在原料粉末为金属粉末的情况下, 在 1Torr 或以下(更好为 $1 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr) 的减压(真空)下较好, 或者是 1~760Torr 的氮气、氩气等惰性气体气氛或者 1~760Torr 的氢气气氛较好。在原料粉末为氧化物系陶瓷的情况下, 为 1~760Torr 的氮气、氩气等惰性气体气氛或者 1~760Torr 的大气气氛较好。在原料粉末为碳化物系陶瓷或氮化物系陶瓷的情况下, 为 1~760Torr 的氮气、氩气等惰性气体气氛较好。

再有, 烧结气氛也可以在烧结中途改变。例如, 最初在 $1 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr 的减压(真空)下, 在中途可以替代上述那样的惰性气体。

通过按以上条件进行烧结, 有助于孔隙率的降低即烧结体的高密度。

[4D]包括一次烧结体的螺纹加工的机械加工

对一次烧结后的成形体实施预定的机械加工。

机械加工可列举出与上述工序[2A]相同的加工。

由于一次烧结体的成形体与完全的烧结体相比硬度低, 所以不管原料粉末的组成如何, 都可以容易地进行这种机械加工。就是说, 加工性良好。因此, 即使进行螺钉加工, 也容易控制其形状和尺寸, 与脱脂的成形体和挤压加工过的成形体相比, 尺寸精度提高。此外, 与对完全的烧结体(主烧结)进行加工的情况相比, 还有利于复杂微细形状的加工。

再有, 在对一次烧结体进行机械加工时, 螺钉的尺寸根据估计以后的二次烧结产生的一次烧结体的收缩比来决定。

[5D]成形体的二次烧结(主烧结)

通过二次烧结使原料粉末之间扩散、粒生长, 形成结晶。这种情况下, 空隙被消减, 作为整体, 可得到细密即高密度低孔隙率的烧结体。

二次烧结的烧结温度, 例如在金属组成为 Ni 或 Ni 系合金的情况下达到

950~1500℃左右较好, 更好达到 1000~1450℃左右, 在 Fe 或 Fe 系合金的情况下, 达到 1000~1500℃左右较好, 更好达到 1050~1450℃左右, 在 Ti 或 Ti 系合金的情况下, 达到 950~1500℃左右较好, 更好达到 1000~1450℃左右。这种情况下, 与上述一次烧结相比, 烧结温度高较好。

- 5 此外, 在陶瓷组成为氧化物系陶瓷的情况下, 达到 1300~2000℃左右较好, 更好达到 1400~1850℃左右, 在碳化物系陶瓷的情况下, 达到 1400~2150℃左右较好, 更好达到 1500~2150℃左右, 在氮化物系陶瓷的情况下, 达到 1300~1900℃左右较好, 更好达到 1400~1850℃左右。这种情况下, 与上述一次烧结相比, 也是烧结温度高较好。

- 10 再有, 二次烧结的烧结温度在上述范围内或范围外也可以随时变动(上升或下降)。

二次烧结时间在上述烧结温度情况下为 0.5~8 小时左右较好, 更好为 1~5 小时左右。

- 此外, 烧结气氛在原料粉末为金属粉末的情况下没有特别限定, 但减压(真空)下或形成非氧化性气氛较好。由此, 防止因金属氧化产生的特性劣化, 同时有助于烧结体的孔隙率的降低。在原料粉末为氧化物系陶瓷的情况下, 大气下或形成惰性气体气氛较好。在原料粉末为碳化物系陶瓷或氮化物系陶瓷的情况下, 形成惰性气体气氛较好。由此, 有助于烧结体的孔隙率的下降。

- 20 作为优选的烧结气氛, 在原料粉末为金属粉末的情况下, 在 1Torr 或以下(更好为 1×10^{-2} ~ 1×10^{-6} Torr)的减压(真空)下较好, 或者是 1~760Torr 的氮气、氩气等惰性气体气氛或者 1~760Torr 的氢气气氛较好。在原料粉末为氧化物系陶瓷的情况下, 为 1~760Torr 的氮气、氩气等惰性气体气氛或者 1~760Torr 的大气气氛较好。在原料粉末为碳化物系陶瓷或氮化物系陶瓷的情况下, 为 1~760Torr 的氮气、氩气等惰性气体气氛较好。

- 25 再有, 烧结气氛也可以在烧结中途改变。例如, 最初在 1×10^{-2} ~ 1×10^{-6} Torr 的减压(真空)下, 在中途可以替代上述那样的惰性气体。

此外, 二次烧结(主烧结)的烧结气氛可以与一次烧结气氛相同, 也可以不同。

- 30 通过按以上那样的条件进行烧结, 有助于孔隙率的降低即烧结体的高密度化, 同时可获得高尺寸精度, 此外, 通过分成多次进行烧结, 烧结的效率提高,

可以用更短的烧结时间进行烧结，生产率提高。

再有，在本发明中，按任意目的，可以在工序[1D]之前有前工序、在工序[1D]~[5D]之间存在的中间工序，或者可以在工序[5D]之后有后工序。

当然，在工序[4D]后，例如也可以进行用于去毛刺和调整形状的机械加工
5 （二次加工）、化学处理等。

实例

下面，说明本发明的烧结体的制造方法的具体实施例。

（实施例1）

作为金属粉末，准备由气体雾化法制造的平均粒径为 $10\mu\text{m}$ 的 Ni 合金（组
10 成：Ni-5wt%Fe-16wt%Cr-16wt%Mo-4wt%W 合金）粉末。

将 91wt% 的该金属粉末、2.7wt%的聚苯乙烯（PS）、2.7wt%乙烯-醋酸乙
烯酯共聚物（EVA）和 2.3wt%的石蜡构成的结合材料与 1.3wt%的邻苯二甲酸
二丁酯（可塑剂）混合，将它们在混炼机中按 $100^{\circ}\text{C}\times 1$ 小时的条件进行混炼。

挤压成形带有空心孔的成形体，以预定的长度进行切断，制造外径 ϕ 为
15 7.9mm、孔径 ϕ 为 0.8mm、长度为 170mm（烧结后的目标尺寸：外径 ϕ 为 7mm、
孔径 ϕ 为 0.7mm、长度为 150mm）的棒状成形体（50 个）。挤压成形时的成形
条件是：圆柱体温度 140°C ，成形金属模温度 70°C ，挤压压力 $150\text{kgf}/\text{cm}^2$ ，挤
压速度 $10\text{mm}/\text{sec}$ 。

接着，对上述成形体实施切削加工、螺纹加工、开孔加工等机械加工，制
20 成螺钉形状的成形体。

接着，对该成形体使用脱脂炉进行脱脂处理。脱脂条件是在 760Torr（常压）
的氮气氛围下保持 $450^{\circ}\text{C}\times 1$ 小时。

接着，对脱脂后的成形体使用烧结炉进行烧结，获得烧结体。烧结条件是
在 760Torr（常压）的 Ar 气气氛下进行 $1300^{\circ}\text{C}\times 3$ 小时。

25 （实施例2）

除了对脱脂体实施与上述同样的机械加工以外，制造与实施例 1 同样的螺
钉。

（实施例3）

除了对烧结体实施与上述同样的机械加工以外，制造与实施例 1 同样的螺
30 钉。

(实施例4)

将烧结工序分成一次烧结(预烧结)和二次烧结(主烧结),一次烧结条件为在 10^{-4} Torr 的减压下进行 $1100^{\circ}\text{C}\times 3$ 小时,二次烧结条件为在 760Torr (常压)的 Ar 气气氛中进行 $1280^{\circ}\text{C}\times 2$ 小时。此外,除了对一次烧结体(预烧结体)实施与上述相同的机械加工以外,制造与实施例 1 同样的螺钉。

(实施例5)

作为金属粉末,准备由气体雾化法制造的平均粒径为 $8\mu\text{m}$ 的不锈钢合金(S11S 310S/组成: Fe-20wt%Ni-25wt%Cr 合金)粉末。

将 94wt% 的该金属粉末、1.8wt%的聚苯乙烯(PS)、1.8wt%乙烯-醋酸乙烯酯共聚物(EVA)和 1.6wt%的石蜡构成的粘合材料与 0.8wt%的邻苯二甲酸二丁酯(可塑剂)混合,将它们在混炼机中按 $90^{\circ}\text{C}\times 1.5$ 小时的条件进行混炼。

挤压成形带有空心孔的成形体,以预定的长度进行切断,制造外径 ϕ 为 11.4mm、孔径 ϕ 为 1.4mm、长度为 114mm(烧结后的目标尺寸: 外径 ϕ 为 10mm、孔径 ϕ 为 1.2mm、长度为 100mm)的棒状成形体(50 个)。挤压成形时的成形条件是: 圆柱体温度 140°C , 成形金属模温度 70°C , 挤压压力 $80\text{kgf}/\text{cm}^2$, 挤压速度 $5\text{mm}/\text{sec}$ 。

接着,对上述成形体实施切削加工、螺纹加工、开孔加工等机械加工,制成螺钉形状的成形体。

接着,对该成形体使用脱脂炉进行脱脂处理。脱脂条件是在 760Torr (常压)的氮气氛下保持 $500^{\circ}\text{C}\times 1$ 小时。

接着,对脱脂后的成形体使用烧结炉进行烧结,获得烧结体。烧结条件是在 760Torr (常压)的 Ar 气气氛下进行 $1330^{\circ}\text{C}\times 3$ 小时。

(实施例6)

除了对脱脂体实施与上述同样的机械加工以外,制造与实施例 5 同样的螺钉。

(实施例7)

除了对烧结体实施与上述同样的机械加工以外,制造与实施例 5 同样的螺钉。

(实施例8)

将烧结工序分成一次烧结(预烧结)和二次烧结(主烧结),一次烧结条件

为在 10Torr 的 Ar 气气氛中进行 1200℃×2 小时，二次烧结条件为在 760Torr（常压）的 Ar 气气氛中进行 1310℃×2 小时。此外，除了对一次烧结体（预烧结体）实施与上述相同的机械加工以外，制造与实施例 5 同样的螺钉。

（实施例 9）

- 5 作为陶瓷粉末，准备由喷雾热分解法制造的平均粒径为 1μm 的三氧化二钇部分稳定化氧化锆（组成：ZrO₂-5.5wt%Y₂O₃）粉末。

将 85wt% 的该陶瓷粉末、4.5wt% 的聚苯乙烯（PS）、4.5wt% 乙烯-醋酸乙烯酯共聚物（EVA）和 3.9wt% 的石蜡构成的粘合材料与 2.1wt% 的邻苯二甲酸二丁酯（可塑剂）混合，将它们在混炼机中按 110℃×1 小时的条件进行混炼。

- 10 挤压成形带有空心孔的成形体，以预定的长度进行切断，制造外径φ为 9.0mm、孔径φ为 1.5mm、长度为 128.5mm（烧结后的目标尺寸：外径φ为 7.0mm、孔径φ为 1.2mm、长度为 100mm）的棒状成形体（50 个）。挤压成形时的成形条件是：圆柱体温度 140℃，成形金属模温度 70℃，挤压压力 100kgf/cm²，挤压速度 3mm/sec。

- 15 接着，对上述成形体实施切削加工、螺纹加工、开孔加工等机械加工，制成螺钉形状的成形体。

接着，对该成形体使用脱脂炉进行脱脂处理。脱脂条件是在 760Torr（常压）的氮气气氛下保持 450℃×1 小时。

- 20 接着，对脱脂后的成形体使用烧结炉进行烧结，获得烧结体。烧结条件是在 760Torr（常压）的 Ar 气气氛下进行 1450℃×3 小时。

（实施例 10）

除了对脱脂体实施与上述同样的机械加工以外，制造与实施例 9 同样的螺钉。

（实施例 11）

- 25 除了对烧结体实施与上述同样的机械加工以外，制造与实施例 9 同样的螺钉。

（实施例 12）

- 30 将烧结工序分成一次烧结（预烧结）和二次烧结（主烧结），一次烧结条件为在 760Torr（常压）的 Ar 气气氛中进行 1000℃×3 小时，二次烧结条件为在 760Torr（常压）的 Ar 气气氛中进行 1425℃×2 小时。此外，除了对一次烧结

体（预烧结体）实施与上述相同的机械加工以外，制造与实施例 9 同样的螺钉。

〈品质和特性评价〉

把实施例 1~12 的各烧结体在多方向上切断，目视观察这些切断的端面，表 1 表示烧结缺陷有无的结果。

- 5 此外，表 1 表示测定实施例 1~12 的各烧结体（螺钉）的螺纹部分直径的尺寸误差（相对于目标尺寸的误差：各 30 个的平均值）的结果。

【表 1】

表 1

实施例	烧结缺陷	尺寸误差[%]
实施例 1（成形体/螺钉加工）	无	± 0.5
实施例 2（脱脂体/螺钉加工）	无	± 0.5
实施例 3（烧结体/螺钉加工）	无	± 0.15
实施例 4（预烧结体/螺钉加工）	无	± 0.25
实施例 5（成形体/螺钉加工）	无	± 0.5
实施例 6（脱脂体/螺钉加工）	无	± 0.5
实施例 7（烧结体/螺钉加工）	无	± 0.15
实施例 8（预烧结体/螺钉加工）	无	± 0.25
实施例 9（成形体/螺钉加工）	无	± 0.5
实施例 10（脱脂体/螺钉加工）	无	± 0.5
实施例 11（烧结体/螺钉加工）	无	± 0.15
实施例 12（预烧结体/螺钉加工）	无	± 0.25

- 10 如表 1 所示，实施例 1~12 的各螺钉都未被确认出任何烧结缺陷，被确认为是有良好品质的烧结体（螺钉）。此外，实施例 1~12 的各螺钉的尺寸误差都小，被确认尺寸精度高。

如上所述，按照本发明，可以容易地形成期望的空心孔，可以制造加工性良好、具有尺寸精度高的高密度的螺钉。

- 15 此外，使以往加工困难的复杂形状的加工和对于硬质材料的加工成为可能，从而可实现螺钉用途、功能的扩大。

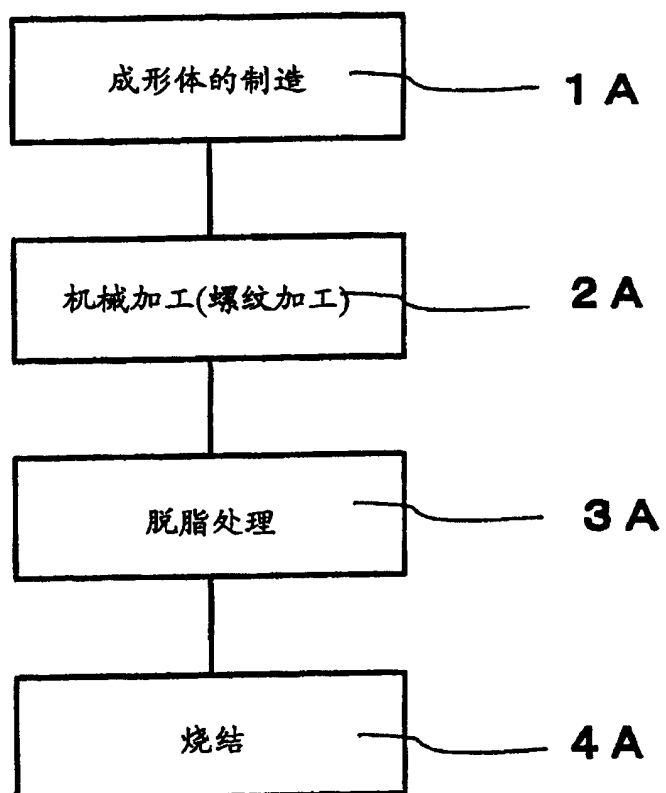


图 1

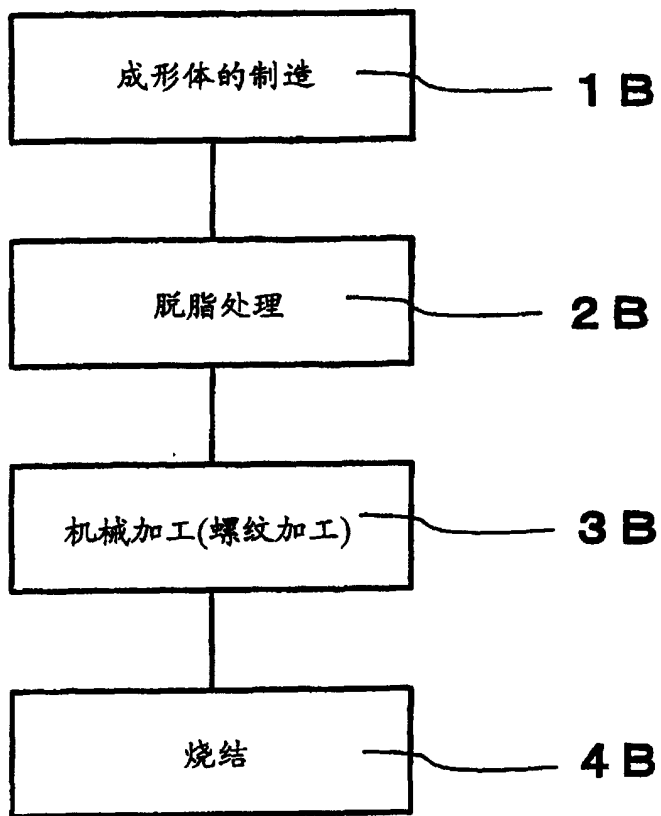


图 2

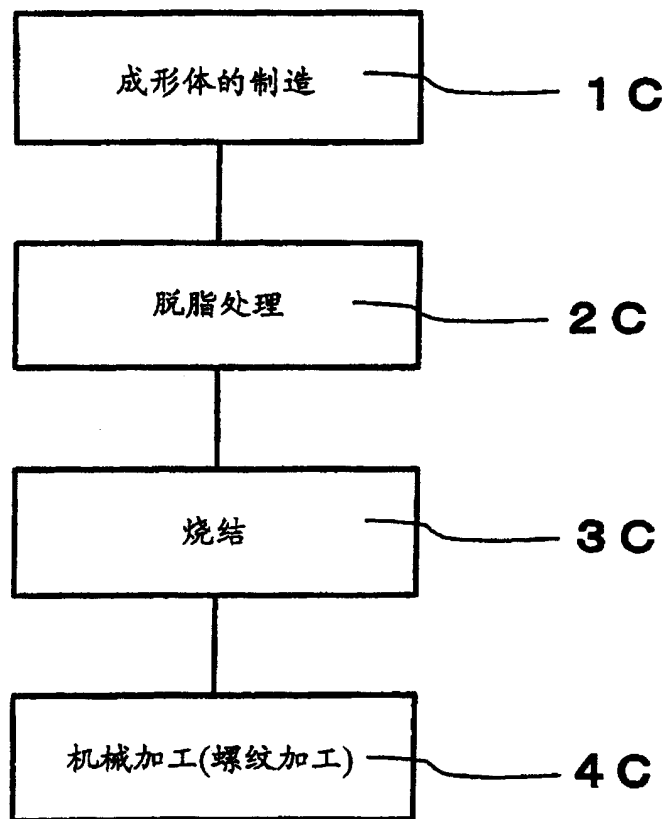


图 3

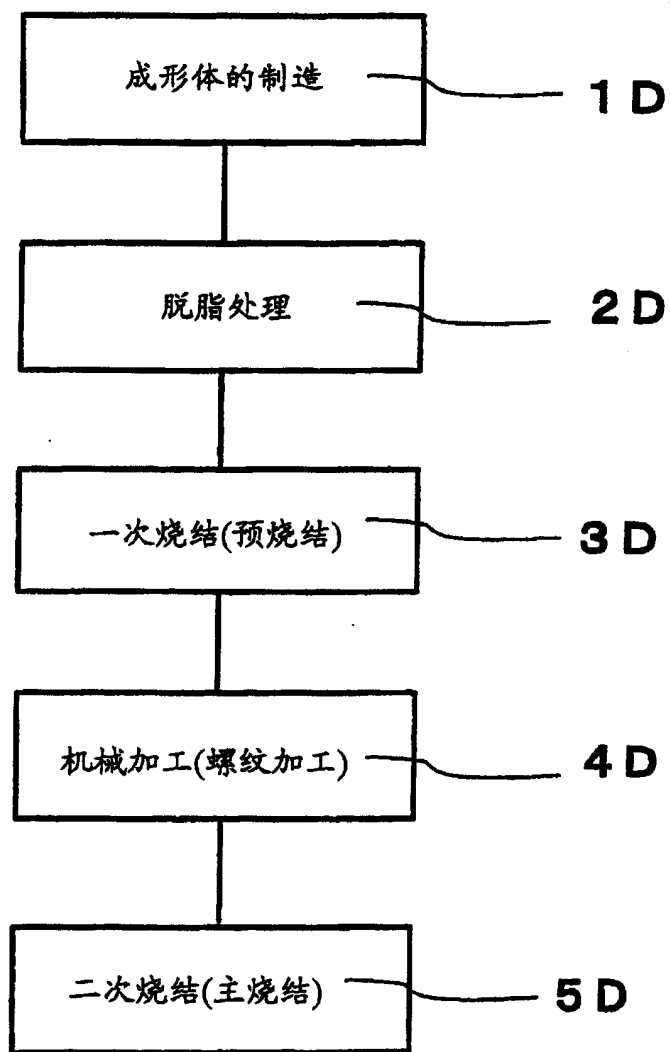


图 4

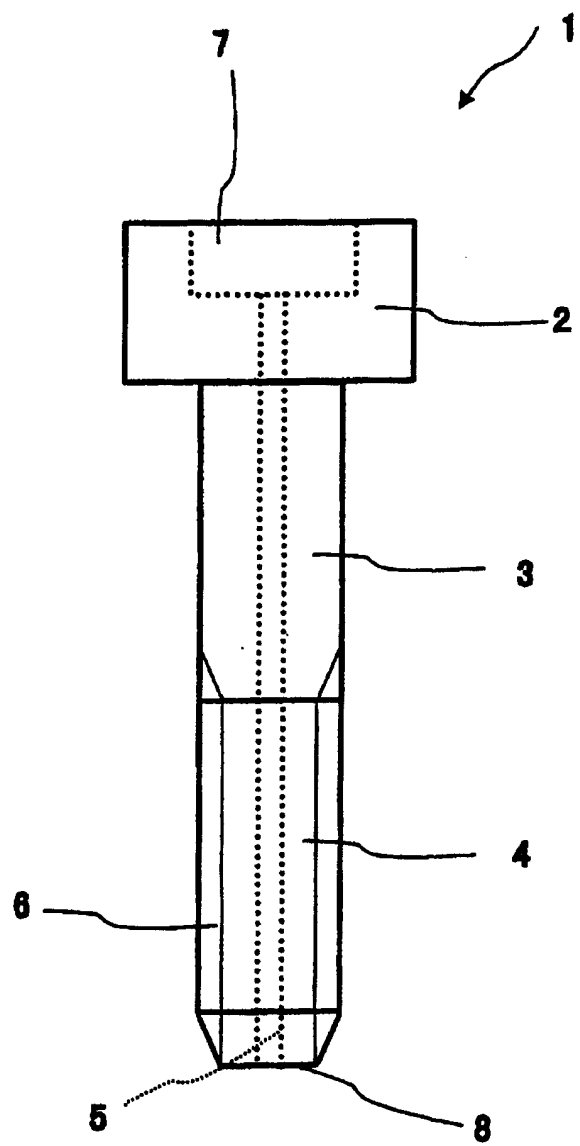


图 5