

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2012-500336

(P2012-500336A)

(43) 公表日 平成24年1月5日(2012.1.5)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>B 2 2 F 3/02 (2006.01)</b>	B 2 2 F 3/02 M	4 G O 3 0
<b>B 2 2 F 3/20 (2006.01)</b>	B 2 2 F 3/20 D	4 K O 1 8
<b>B 2 2 F 3/10 (2006.01)</b>	B 2 2 F 3/10 C	
<b>B 2 2 F 1/00 (2006.01)</b>	B 2 2 F 1/00 J	
<b>C O 4 B 35/632 (2006.01)</b>	B 2 2 F 3/02 S	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 18 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2011-523342 (P2011-523342)  
 (86) (22) 出願日 平成21年8月14日 (2009. 8. 14)  
 (85) 翻訳文提出日 平成23年3月9日 (2011. 3. 9)  
 (86) 国際出願番号 PCT/EP2009/005925  
 (87) 国際公開番号 W02010/020381  
 (87) 国際公開日 平成22年2月25日 (2010. 2. 25)  
 (31) 優先権主張番号 102008038231.0  
 (32) 優先日 平成20年8月18日 (2008. 8. 18)  
 (33) 優先権主張国 ドイツ (DE)

(71) 出願人 505419914  
 ジーケイエヌ ジンテル メタルズ ホー  
 ルディング ゲゼルシャフト ミット ベ  
 シュレンクテル ハフツング  
 ドイツ 4 2 4 7 7 ラデフォルムバルト  
 クレープゾージュ 1 0  
 (74) 代理人 110000556  
 特許業務法人 有古特許事務所  
 (72) 発明者 クルツハノフ, ウラディスラフ  
 ドイツ 4 2 8 9 7 レムシャイト アム  
 ハルトパーク 1 3  
 (72) 発明者 ヴィンベルト, ラルス  
 ドイツ 5 8 3 3 2 シュヴェルム ヴィ  
 ルドパーク 1 1

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 焼結成形品の製造用結合剤

(57) 【要約】

【課題】

従来技術の代替手段となる、焼結成形品製造用の結合剤を提供すること。

【解決手段】

第一融点と80 における第一蒸気圧を有する第一物質、および、第二融点と80 における第二蒸気圧を有する第二物質を含み、第一物質および第二物質の最大融点は約150 であり、かつ、第一物質および第二物質の最小蒸気圧は80 において約5 Torr (667 Pa) である、結合剤。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

a) 第一融点と 80 における第一蒸気圧を有する第一物質、および  
 b) 第二融点と 80 における第二蒸気圧を有する第二物質を含む、焼結成形品の製造用結合剤であって、

第一物質および第二物質の融点は最大約 150 であり、かつ、80 における第一物質および第二物質の蒸気圧は少なくとも約 5 Torr (667 Pa) である、焼結成形品の製造用結合剤。

## 【請求項 2】

第一蒸気圧と第二蒸気圧が互いに最大約 60% 異なっていることを特徴とする、請求項 1 記載の結合剤。 10

## 【請求項 3】

第一物質と第二物質の蒸気圧が異なっていることを特徴とする、請求項 1 記載の結合剤。

## 【請求項 4】

第一物質の第一蒸気圧および第二物質の第二蒸気圧が、80 において最大約 100 Torr (13332 Pa) であることを特徴とする、前記請求項のいずれかに記載の結合剤。

## 【請求項 5】

第一物質および第二物質が、環状炭化水素、芳香族炭化水素および/またはハロゲン化炭化水素を含む群から選択されることを特徴とする、前記請求項のいずれかに記載の結合剤。 20

## 【請求項 6】

第一物質と第二物質の融点が最大約 100 であることを特徴とする、前記請求項のいずれかに記載の結合剤。

## 【請求項 7】

第一物質がナフタレンであることを特徴とする、前記請求項のいずれかに記載の結合剤。

## 【請求項 8】

第二物質が 1, 2, 4, 5 - テトラメチルベンゼンであることを特徴とする、前記請求項のいずれかに記載の結合剤。 30

## 【請求項 9】

a) 少なくとも 1 つの焼結可能な材料、および  
 b) 請求項 1 ~ 7 のいずれかに記載の少なくとも 1 つの結合剤を含む、焼結成形品の製造用混合物。

## 【請求項 10】

さらに少なくとも 1 つの安定化剤および/または少なくとも 1 つの抗凝集剤を含むことを特徴とする、請求項 8 に記載の混合物。

## 【請求項 11】

結合剤が、混合物の全量に対し約 2 重量% ~ 約 8 重量% の量で混合物に含まれていることを特徴とする、請求項 8 または 9 に記載の混合物。 40

## 【請求項 12】

少なくとも 1 つの焼結可能な材料を供給し、これと結合剤を混合することを特徴とする、請求項 8 ~ 10 のいずれかに記載の混合物の製造方法。

## 【請求項 13】

結合剤と混合する前に、焼結可能な材料を少なくとも 1 つの抗凝集剤と混合することを特徴とする、請求項 11 に記載の方法。

## 【請求項 14】

少なくとも 1 つの抗凝集剤を溶媒に溶解させて、この溶液を少なくとも 1 つの焼結可能な材料と混合することを特徴とする、請求項 12 に記載の方法。 50

## 【請求項 15】

結合剤を加える前に、溶解した抗凝集剤と焼結可能な材料からなる混合物を乾燥することを特徴とする、請求項 13 に記載の方法。

## 【請求項 16】

結合剤と一緒に、または、結合剤を加えた後に少なくとも 1 つの安定化剤を加えることを特徴とする、請求項 11 ~ 14 のいずれかに記載の方法。

## 【請求項 17】

混合物を押し出すことを特徴とする、請求項 11 ~ 15 のいずれかに記載の方法。

## 【請求項 18】

請求項 9 ~ 11 のいずれかに記載の混合物を変形し、加熱により少なくとも 1 つの結合剤中の第一物質および / または第二物質を除去する、焼結成形品の製造方法。 10

## 【請求項 19】

請求項 9 ~ 11 のいずれかに記載の混合物を変形し、約 50 Torr (6666 Pa) 未満の圧力をかけることにより少なくとも 1 つの結合剤中の第一物質および / または第二物質を除去する、焼結成形品の製造方法。

## 【請求項 20】

少なくとも 1 つの結合剤の除去を最大約 150 までの温度で行うことを特徴とする、請求項 18 または 19 に記載の方法。

## 【請求項 21】

結合剤の除去に続いて、得られた圧粉体を焼結することを特徴とする、請求項 18 ~ 20 のいずれかに記載の方法。 20

## 【請求項 22】

使用する変形手段の温度を最大約 120 で変形を行うことを特徴とする、請求項 18 ~ 21 のいずれかに記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、焼結成形品の製造用結合剤に関する。また、本発明は、そのような結合剤を含む焼結成形品の製造用混合物に関する。また、本発明は、焼結成形品の製造用混合物の製造方法に関する。また、本発明は、焼結成形品の製造方法に関する。 30

## 【背景技術】

## 【0002】

焼結成形品の製造のためには、一般的な加圧成形法において、あるいは、射出成形または押出成形によるかどうかにかかわらず、粉末の混合物から寸法的に正確な圧粉体 (green compact) を製造できるように、結合剤を使用することが必要である。この圧粉体は、その後、続いて焼結される。ここで、粉末は、プラスチック、セラミックまたは金属の粉末であってよい。当該粉末自体は、様々なプラスチック、セラミック材料および / または金属もしくは合金の混合物であってもよく、あるいは、何か他の方法で処理した粉末、例えば、被覆された粉末であってもよい。ここで、金属粉末である場合には、純金属粉、例えば鉄粉、あるいは、粉末混合物、プレアロイ粉 (prealloyed powders)、合金粉、あるいは、被覆された粉末、また、それら相互に異なる粉末の混合物を使用してもよい。 40

## 【0003】

圧粉体を製造した後、使用された結合剤を除去しなければならない。この除去は、焼結工程の前に熱的に行うことができるが、触媒除去も行ってもよく、あるいは、溶媒を用いて結合剤を溶解し、圧粉体から除去される。この公知の方法の不利な点は、1 つには、より高い温度および / またはさらなる物質の使用である。そのため、脱脂 (debinding) (圧粉体からの結合剤の除去とも呼ばれている) は、いずれにせよ悪影響を与える。さらなる物質の使用により、または、より高い温度を適用することによりコストは増大する。または、十分に高密度の成形品が得られない。 50

## 【0004】

例えば、ドイツ国第4314694C1号公報には、焼結可能なセラミックまたは金属粉末、および、結合剤としてポリオキシメチレンまたはオキシメチレン単位を主たる部分とするコポリマーから製造される混合物を變形することにより未焼結体を形成し、酸で触媒的に結合剤を除去する、焼結成形品の製造方法が開示されている。ここで、当該結合剤の除去のために、室温では固体であって、より高温では昇華する、または、融解し蒸発する酸が使用される。したがって、当該文献に記載されている方法は、付加的な手段、即ちここでは酸、が使用される脱脂工程を含むものである。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

したがって、本発明の目的は、従来技術から公知の不利な点を回避した手段による、結合剤、焼結可能な混合物、そのような混合物の製造方法、および、焼結成形品の製造方法を開示することである。

【課題を解決するための手段】

【0006】

この目的を達成するために、本発明によれば、

a) 第一融点と80 における第一蒸気圧を有する第一物質、および

b) 第二融点と80 における第二蒸気圧を有する第二物質を含む、焼結成形品の製造用結合剤であって、

第一物質および第二物質の融点は、最大約150 であり、第一物質および第二物質の蒸気圧は、80 において少なくとも約5 Torr (667 Pa) である、焼結成形品の製造用結合剤が提案される。好ましくは、第一蒸気圧と第二蒸気圧は、互いに最大約60 % 異なっている。有利には、第一物質の第一蒸気圧と第二物質の第二蒸気圧は異なっているが、第一蒸気圧と第二蒸気圧は同一であってもよい。有利には、それぞれ80 において、第一物質の第一蒸気圧および第二物質の第二蒸気圧は、最大約100 Torr (13332 Pa = 133.32 hPa = 13.32 kPa)、すなわち約13 kPa である。ここで、さらに好ましい第一物質の第一蒸気圧と第二物質の第二蒸気圧は、それぞれ80 において、約5 Torr (667 Pa)、好ましくは約8 Torr (1067 Pa)、から約70 Torr (9333 Pa) までの範囲にある。ここで、蒸気圧は、一般式：

【数1】

$$\log_{10}p = -A/T + B,$$

(式中、pは蒸気圧[Torr] (1 Torr = 133.3 Pa)、Aは数値法から得られる定数[K]、Tは温度[K]、Bは定数[Torr]である)から計算できる。トル (Torr) からパスカル(Pa)への換算は、蒸気圧を単位Torrで計算した後に行わなければならない。上記式中の対数は、10を底とする対数である。定数AおよびBは、計算の数値設定、例えば、Landolt-Boernstein, Numerical Data and Functional Relationships From Physics, Chemistry, Astronomy, Geophysics, and Engineering, 6th edition, Springer Verlag Berlin Goettingen Heidelberg, 1960, Vol. II, 2nd part, pp. 89ff.、から得ることができる(例：ナフタレンについては、1 Torr (133 Pa) においてA = 3616、B = 11.109; 1, 2, 4, 5 - テトラメチルベンゼンについては、1 Torr (133 Pa) においてA = 2313、B = 8.281)。ここで、0 は、273.15 Kに相当する。蒸気圧は、例えば、米国材料試験協会(ASTM) E 1194またはASTM E 1782規格に従って、測定し計算することができる。

【発明の効果】

【0007】

驚くべきことに、本発明に係る結合剤において、低い融点を有する2つの物質を用いる

10

20

30

40

50

こと、そして、特に第一物質の第一蒸気圧と第二物質の第二蒸気圧が互いに最大約60%異なることにより、焼結可能な混合物中において本発明に係る結合剤を使用するため、当該混合物は良好な流動性を示し、加圧後に得られる圧粉体は高い寸法安定性および高い未焼密度を示すことが明らかとなった。第一物質および第二物質は、気孔を形成する材料としても作用する。ここで、特に好ましいのは、金属射出成形または金属押出成形を用いた方法において、本発明に係る結合剤を使用することである。そうすると、他の一般的な押出機のスクリューの温度が通常約150 ~ 約180 の範囲で使用されるのに対して、使用する押出機のスクリューの温度が約100 以下で、好ましくは約90 以下で操作を行うことができる。

【発明を実施するための形態】

【0008】

本発明の意味において、「約」という用語は、本発明により得られる成功を損なうことなく、特に第一物質および/または第二物質の融点および蒸気圧に関して、そのみならず他の数値パラメータに関して、特定された値から±3%の偏差、好ましくは±2%の偏差、さらに好ましくは±1%の偏差があり得るという範囲で理解される。また、上記した範囲外でも、選択したパラメータがこれらの範囲から大きく外れていない限り、本発明の成功は少なくとも部分的に達成できる。

【0009】

ここで、有利には、本発明に係る結合剤の第一物質および第二物質は、有機物質を含む群から選択され、さらに好ましくは、約300 g/mol未満のモル質量を有する有機物質を含む群から選択される。特に好ましい態様では、第一物質および第二物質は、環状炭化水素、芳香族炭化水素および/またはハロゲン化炭化水素を含む群から選択される。ここで、当該ハロゲン化炭化水素は、部分的にハロゲン化されていてもよく、完全にハロゲン化されていてもよい。特に好ましい態様では、第一物質および第二物質は、カンフェン、テトラメチルベンゼン(特に、1, 2, 4, 5-テトラメチルベンゼン)、ナフタレン、または四臭化炭素、またはそれらの誘導体を含む群から選択される。本発明の意味において、誘導体は、水素、メチルまたは臭素等の置換基の代わりに、他の置換基(例えば、フッ素、塩素もしくはエチレン等)を有する物質、または、異なる位置に同じ置換基を有する物質(例えば、1, 2, 4, 5-テトラメチルベンゼンと1, 2, 3, 5-テトラメチルベンゼン)であると理解される。しかしながら、上記した置換基と異なる置換基も可能である。特に好ましい態様では、第一物質としてナフタレンが選択される。特に好ましい態様では、第二物質として1, 2, 4, 5-テトラメチルベンゼンが選択される。しかしながら、第一物質および第二物質を有する他の結合剤系や具体的に請求したパラメータもまた可能であり、例えば、第一物質および/または第二物質として1, 2, 4, 5-テトラメチルベンゼンおよび四臭化炭素からなる系が挙げられる。

【0010】

特に好ましい態様では、第一物質および第二物質の融点は、最大約100 であり、さらに好ましくは、最大約90 である。さらに好ましい態様では、第一物質および第二物質の融点は、約30 、好ましくは約50 、から約80 までの範囲にある。別の好ましい態様では、第一物質の第一蒸気圧および第二物質の第二蒸気圧は、互いに最大約50 %異なっている。本発明の別の好ましい態様では、第一物質の第一蒸気圧および第二物質の第二蒸気圧は、80 において最大約60 Torr (7999 Pa = 7.999 kPa) である。

【0011】

本発明に係る結合剤は、添加剤として、結合剤の加工性を保証する物質、例えば保存安定性を増大させる物質、をさらに含んでもよい。しかしながら、当該結合剤は、結合剤として作用する3以上の物質を含むものであってもよく、このときそれぞれの融点は最大約150 であり、これら物質の蒸気圧は互いに最大約60%異なる。例えば、ナフタレン、1, 2, 4, 5-テトラメチルベンゼンおよび四臭化炭素の混合物も、本発明に係る結合剤に含まれる。

10

20

30

40

50

## 【0012】

また、本発明は、

- a) 少なくとも1つの焼結可能な材料、および
- b) 上記した本発明に係る結合剤

を含む、焼結成形品の製造用混合物に関する。

## 【0013】

本発明において上記した材料は、焼結可能な材料として使用することができる。ここで、当業者は、自己の専門的知識に基づいて、成形品の製造に使用する製造方法および成形品そのものに適した材料を選択するであろう。ここで、金属粉、特に鉄を含有する粉を使用することが特に好ましく、純鉄粉もしくは鉄合金の粉末、または、これら材料の混合物も好ましく用いることができる。使用される焼結可能な材料の例としては、例えば、クロムニッケル鋼、青銅、ニッケルを主成分とする合金（ハステロイ、インコネル等）、金属酸化物、金属窒化物、ケイ化物等や、また、アルミニウムを含有する粉末、混合物等が挙げられる。ここで、当該混合物は、高融点成分（例えば、白金等）を含んでいてもよい。使用される粉末およびその粒径は、それぞれの使用の目的によって決まる。好ましい鉄含有粉末は、合金316L、304L、インコネル600、インコネル625、モネル、ハステロイB、XおよびC、ならびに17-4PHである。チタンおよび/またはチタン合金も材料として適しており、他の材料との混合物、特に鉄含有粉末、との混合物も適している。

10

## 【0014】

さらに好ましい態様では、本発明に係る焼結成形品の製造用混合物は、さらに少なくとも1つの安定化剤および/または少なくとも1つの抗凝集剤を含む。ここで、安定化剤は、有利には、プラスチック材料を含む群から選択され、特に好ましくは、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリビニルアルコール、ポリ酢酸ビニル、ポリスチレンおよび/またはポリオキシメチレンを含む群から選択される。特に好ましい態様では、安定化剤は、ポリエチレンまたは異なるポリエチレン材料の混合物である。ここで、安定化剤は、少なくとも部分的な脱脂を受けた成分、特に第一物質および/または第二物質が既に除去された成分、の十分な残留安定度（residual stability）を保證するのに主に使用される。抗凝集剤は、有利には、有機酸を含む群から選択される。さらに好ましい態様では、ステアリン酸が抗凝集剤として本発明に係る混合物に含まれる。

20

30

## 【0015】

本発明に係る結合剤は、有利には、本発明に係る混合物中に、混合物の全量に対し、約5重量%～約12重量%の量で含まれ、さらに好ましくは約6重量%～約9重量%の量で含まれる。安定化剤は、有利には、本発明に係る混合物中に、混合物の全量に対し、約1重量%～約6重量%の量で含まれ、さらに好ましくは約2重量%～約4.5重量%の量で含まれる。抗凝集剤は、有利には、本発明に係る混合物中に、混合物の全量に対し、約0.1重量%～約1.3重量%の量で含まれ、さらに好ましくは約0.25重量%～約0.7重量%の量で含まれる。

## 【0016】

本発明の意味において、上記少なくとも1つの抗凝集剤および/または上記少なくとも1つの安定化剤は、本発明に係る結合剤に含まれていてもよい。そのため、調製された製剤中の対応する結合剤混合物を、焼結可能な材料に加えてもよい。

40

## 【0017】

また、本発明は、少なくとも1つの焼結可能な材料を供給し、これと結合剤を混合することを特徴とする、焼結成形品の製造用混合物の製造方法に関する。さらに、好ましい態様では、結合剤と混合する前に、当該焼結可能な材料を少なくとも1つの抗凝集剤と混合する。さらに好ましい態様では、当該少なくとも1つの抗凝集剤を溶媒に溶解させて、この溶液を当該少なくとも1つの焼結可能な材料と混合する。別の好ましい態様では、結合剤を加える前に、溶解した抗凝集剤と焼結可能な材料との混合物を乾燥する。抗凝集剤または抗凝集剤の混合物に対する溶媒としては、有利にはアルコールが使用され、好ましく

50

はエタノールが使用される。ここで、溶媒に抗凝集剤を溶解させるのは、有利には上昇させた温度で行われ、好ましくは、約 20、好ましくは約 50、から約 70 までの範囲の温度で行われる。抗凝集剤と焼結可能な材料との混合物の乾燥は、有利には約 40 ~ 約 80 の範囲内の温度で行われる。

【0018】

本発明に係る焼結成形品の製造用混合物の製造方法において、好ましくは、結合剤と一緒に、または、結合剤を加えた後に少なくとも1つの安定化剤を加える。ここで、好ましくは、少なくとも1つの安定化剤が結合剤に含まれる。そのため、1つの工程で、この結合剤混合物は、焼結可能な材料に加えられ、好ましくは少なくとも1つの抗凝集剤と既に混合した焼結可能な材料に加えられる。

10

【0019】

結合剤または結合剤混合物を加えた後に、その混合物(原料(feedstock)とも呼ばれる)を、有利には、押し出し、それから保存してもよい。焼結されうる成形品は、有利には、射出成形または押出成形により製造される。しかしながら、一般的な加圧法における製造も除かれるものではない。そうして、寸法的に安定な圧粉体が上記方法により得られる。

【0020】

最後に、本発明は、

- a) 少なくとも1つの焼結可能な材料、および
- b) 本発明に係る結合剤

20

を含む、本発明に係る焼結成形品製造用混合物を変形し、加熱により少なくとも1つの結合剤中の第一物質および/または第二物質を除去する、焼結成形品の製造方法に関する。

【0021】

あるいは、

- a) 少なくとも1つの焼結可能な材料、および
- b) 本発明に係る結合剤

を含む、本発明に係る焼結成形品製造用混合物を変形し、約 50 Torr 未満の圧力をかけることにより少なくとも1つの結合剤中の第一物質および/または第二物質を除去する、焼結成形品の製造方法を提供する。

【0022】

30

上記2つの択一的な方法は、本発明の意味において、組み合わせてもよい。すなわち、加熱することと 50 Torr (6666 Pa) 未満という低い圧力をかけることの両方を適用してもよい。また、1つの脱脂工程において、第一物質および/または第二物質だけでなく、同時に、本発明に係る混合物に加えてもよい安定化剤および/または抗凝集剤をも除去してもよい。そのため、その後のさらなる脱脂工程は不要である。しかしながら、2以上の脱脂工程を行ってもよく、第一の脱脂工程で第一物質を除去し、第二の脱脂工程で第二物質を除去してもよい。

【0023】

例外的な場合、1つだけでなく、その代わりに2つまたは3つの本発明に係る結合剤を用いてもよい。しかしながら、技術水準から公知の他の結合剤を使用することも可能である。

40

【0024】

本発明に係る少なくとも1つの結合剤の除去(脱脂)は、有利には、最大約 150 までの温度で行われ、さらに好ましくは最大約 120 までの温度で行われ、さらにより好ましくは最大約 100 までの温度で行われ、さらにより好ましくは最大約 90 までの温度で行われる。

【0025】

得られた圧粉体を脱脂した後、その圧粉体を焼結する。ここで、さらなる脱脂工程において、他の結合剤を高温で除去してもよいし、あるいは、触媒除去したり、さらなる結合剤を溶解させることにより除去してもよい。ここには、複数の異なる技術が存在する。例

50

えば、焼結の間に適用される温度分布は、様々選択されうる。ここで、当業者は、使用される焼結可能な材料や完成される焼結成形体の所望の性質についての自己の専門的知識に基づいて、焼結のための温度分布を選択するであろう。焼結後、所望により必要とされる加熱処理、特に均一な焼きなましを直接続いて有利に行うことができる。ここで、加熱処理は、得られた製品の化学組成に応じて行うことができる。加熱処理の代わりに、または、それに加えて、有利には、焼結した製品を、焼結温度または均一な焼きなまし温度から、水中で、あるいは、ガス急激冷却 (gas shock cooling) により冷やしてもよい。さらに、焼結後、一般的に、さらに表面圧縮を行うことができる。砂吹き付け (sandblasting)、ショットピーニング (shot peening)、圧延などにより表面積に内部圧縮応力が導入される。それから、本発明に係る方法により製造された製品に被覆を施してもよい。

10

**【0026】**

本発明に係る、焼結成形品の製造方法で使用される変形手段の温度は、有利には、最大約120 であり、さらに好ましくは最大約100 である。変形手段として、例えば、金属溶射装置を使用する場合、この装置に設けられたスクリュウまたはスクリュウ部の温度は、有利には最大約100 であり、さらに好ましくは最大約90 である。ここで、スクリュウの異なる面に対し異なる温度を与えてもよいのは自明であり、これらの温度はそれぞれ最大約100 であり、さらに好ましくは最大約90 である。

**【実施例】****【0027】**

本発明のこれらのおよび他の利点を、以下の実施例を参照して、詳細に説明する。

20

**【0028】**

まず初めに、以下の実施例に挙げられた特徴は、本願の対象を限定するものではない。その代わりに、実施例を含む一般的な記載において特定される特徴は、互いに組み合わせて、改良を施してもよい。特に、金属射出成形または金属押出成形への限定はなされてもいないし、望まれてもいない。しかし、その代わりに、他の材料または他の方法を用いてもよい。

**【0029】**

まず、焼結成形品製造用混合物を製造した。当該混合物は、当業者には原料とも呼ばれる。組成は、 $d_{90} < 10 \mu\text{m}$ 、 $d_{50} < 5 \mu\text{m}$ かつ $d_{10} < 2 \mu\text{m}$ の粒径を有する鉄粉92重量%、結合剤の第一物質としてナフタレン2.4重量%、結合剤の第二物質として1,2,4,5-テトラメチルベンゼン2.4重量%、安定化剤としてポリエチレン(ポリエチレンMY00、Ter Hell Plastic GmbH、Herne、ドイツ製)2.8重量%およびステアリン酸0.4重量%である。重量%は、それぞれ原料の全量に対するものである。

30

**【0030】**

原料の製造は、最初に、ステアリン酸を350mlの純エタノールと混合し、その後密閉した容器中で約55 ~ 約60 の範囲内の温度まで加熱した。このようにして、ステアリン酸のエタノール溶液を得た。この溶液を鉄粉に加え、得られた混合物を一般的な混合装置で混合した。それから、生じ得る上澄みを分離し、鉄粉とステアリン酸から製造し得られた混合物を、例えば、温蔵庫内で約60 で乾燥した。

**【0031】**

次に、乾燥した混合物を一般的な混練機において、ポリエチレン、テトラメチルベンゼンおよびナフタレンを添加しながら、約105 で混練した。上記物質の添加は、同時に行ってもよいし、任意の順序で順次に行ってもよい。こうして、原料が最終的に得られ、それから押し出し、密閉容器内で保存してもよい。

40

**【0032】**

続いて、押し出された原料を用いて、長さ3.3cmのフォークの形の成形品を金属射出成形(MIM)により製造した。ここで、射出成形装置のスクリュウ温度は、約70 ~ 約100 の範囲内で選択される。他の射出パラメータは、射出圧が1000bar、射出時間が1秒、充填休止圧(charged dwell pressure)が100barであった。冷却時間は10秒から約30秒の間であった。射出装置のノズル温度は、約50 ~ 約150 の範囲

50

内であった。

【0033】

金属射出成形により得られた寸法的に安定な圧粉体を、まず、例えば、温蔵庫内で約600まで8～10時間、加熱し、ナフタレンとテトラメチルベンゼンとの結合剤混合物を除去した。さらなる処理工程、特に、結合剤に対する溶媒の添加や触媒、例えば、従来技術から公知である硝酸等の無機酸の形での触媒の添加は必要ではない。焼結工程前の抗凝集剤または気孔形成材料の分離除去は必要でないが、行ってもよい。抗凝集剤の除去は、圧粉体の加熱により、すなわち、ナフタレンおよびテトラメチルベンゼンの除去の間に行ってもよい。しかしながら、有利には、抗凝集剤および気孔形成材料の除去は、焼結工程において行われる。

10

【0034】

テトラメチルベンゼンとナフタレンとの混合物を除去することにより脱脂した後、成形した圧粉体を炉中で焼結した。ベルト炉 (belt furnace)、ローラー炉 (roller furnace)、ウォーキングビーム炉 (walking-beam furnace)、または別の適した炉、例えば不連続炉 (discontinuous furnace) を用いてもよい。ここで、成形した圧粉体を配置した後、最初に炉を1時間で1500まで加熱し、それから1500の温度を2時間保った。それから炉をさらに約4600まで約2時間超加熱し、約2時間の間約4600の温度で保った。その後、約1225まで約2.5時間で加熱し、この温度を約1時間保った。その後、焼結された成形品を冷却し、炉から取り出した。

【産業上の利用可能性】

20

【0035】

以上より、本発明を通じて、結合剤、焼結成形品の製造用混合物 (原料)、および、当該原料の製造方法、または、焼結成形品の製造方法を提案した。これらは、従来技術から公知の方法の代替手段を代表するものである。有利には、脱脂のためにより低い温度を使用することにより、特にコストが削減されるのみならず、非常に寸法安定性のある圧粉体および高密度な焼結成形品を得ることができる。

【手続補正書】

【提出日】平成23年4月18日 (2011.4.18)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

a) 第一融点と80における第一蒸気圧を有する第一物質、および

b) 第二融点と80における第二蒸気圧を有する第二物質を含む、焼結成形品の製造用結合剤であって、

第一物質および第二物質の融点は最大約1500であり、かつ、80における第一物質および第二物質の蒸気圧は少なくとも約5 Torr (667 Pa) である、焼結成形品の製造用結合剤。

【請求項2】

第一蒸気圧と第二蒸気圧が互いに最大約60%異なっていることを特徴とする、請求項1記載の結合剤。

【請求項3】

第一物質と第二物質の蒸気圧が異なっていることを特徴とする、請求項1記載の結合剤。

【請求項4】

第一物質の第一蒸気圧および第二物質の第二蒸気圧が、80において最大約1000 Torr (13332 Pa) であることを特徴とする、前記請求項のいずれかに記載の結合

剤。

【請求項 5】

第一物質および第二物質が、環状炭化水素、芳香族炭化水素および/またはハロゲン化炭化水素を含む群から選択されることを特徴とする、前記請求項のいずれかに記載の結合剤。

【請求項 6】

第一物質と第二物質の融点が最大約 100 であることを特徴とする、前記請求項のいずれかに記載の結合剤。

【請求項 7】

第一物質がナフタレンであることを特徴とする、前記請求項のいずれかに記載の結合剤。

【請求項 8】

第二物質が 1, 2, 4, 5 - テトラメチルベンゼンであることを特徴とする、前記請求項のいずれかに記載の結合剤。

【請求項 9】

a) 少なくとも 1 つの焼結可能な材料、および  
b) 請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の少なくとも 1 つの結合剤を含む、焼結成形品の製造用混合物。

【請求項 10】

さらに少なくとも 1 つの安定化剤および/または少なくとも 1 つの抗凝集剤を含むことを特徴とする、請求項 9 に記載の混合物。

【請求項 11】

結合剤が、混合物の全量に対し約 2 重量% ~ 約 8 重量% の量で混合物に含まれていることを特徴とする、請求項 9 または 10 に記載の混合物。

【請求項 12】

少なくとも 1 つの焼結可能な材料を供給し、これと結合剤を混合することを特徴とする、請求項 9 ~ 11 のいずれかに記載の混合物の製造方法。

【請求項 13】

結合剤と混合する前に、焼結可能な材料を少なくとも 1 つの抗凝集剤と混合することを特徴とする、請求項 12 に記載の方法。

【請求項 14】

少なくとも 1 つの抗凝集剤を溶媒に溶解させて、この溶液を少なくとも 1 つの焼結可能な材料と混合することを特徴とする、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 15】

結合剤を加える前に、溶解した抗凝集剤と焼結可能な材料からなる混合物を乾燥することを特徴とする、請求項 14 に記載の方法。

【請求項 16】

結合剤と一緒に、または、結合剤を加えた後に少なくとも 1 つの安定化剤を加えることを特徴とする、請求項 12 ~ 15 のいずれかに記載の方法。

【請求項 17】

混合物を押し出すことを特徴とする、請求項 12 ~ 16 のいずれかに記載の方法。

【請求項 18】

請求項 9 ~ 11 のいずれかに記載の混合物を変形し、加熱により少なくとも 1 つの結合剤中の第一物質および/または第二物質を除去する、焼結成形品の製造方法。

【請求項 19】

請求項 9 ~ 11 のいずれかに記載の混合物を変形し、約 50 Torr (6666 Pa) 未満の圧力をかけることにより少なくとも 1 つの結合剤中の第一物質および/または第二物質を除去する、焼結成形品の製造方法。

【請求項 20】

少なくとも 1 つの結合剤の除去を最大約 150 までの温度で行うことを特徴とする、

請求項 18 または 19 に記載の方法。

【請求項 21】

結合剤の除去に続いて、得られた圧粉体を焼結することを特徴とする、請求項 18 ~ 20 のいずれかに記載の方法。

【請求項 22】

使用する変形手段の温度を最大約 120 で変形を行うことを特徴とする、請求項 18 ~ 21 のいずれかに記載の方法。

## 【 国際調査報告 】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No PCT/EP2009/005925
---

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> INV. B22F1/00		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b>		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) B22F C22C		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DE 43 14 694 C1 (BASF AG [DE]) 11 May 1994 (1994-05-11) cited in the application claims 1-4; examples 1-3	1-22
A	WO 2004/039519 A2 (HOEGANAES CORP [US]) 13 May 2004 (2004-05-13) paragraphs [0033] - [0034] paragraphs [0052] - [0054]	1-22
A	US 2004/081574 A1 (POSZMIK GEORGE [US] ET AL) 29 April 2004 (2004-04-29) paragraphs [0017] - [0021] paragraphs [0057] - [0058]	1-22
A	US 6 235 076 B1 (OZAKI YUKIKO [JP] ET AL) 22 May 2001 (2001-05-22) column 2, line 16 - column 3, line 10	1-22
	-/--	
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents :		
*A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance *E* earlier document but published on or after the international filing date *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. *&* document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search  18 March 2010		Date of mailing of the international search report  29/03/2010
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer  Lombois, Thierry

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

international application No  
PCT/EP2009/005925

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	<p>POSZMIK G ET AL: "Technology pushes green strength up in single press and sinter cycle" METAL POWDER REPORT, MPR PUBLISHING SERVICES, SHREWSBURY, GB, vol. 59, no. 7, 1 July 2004 (2004-07-01), pages 26-28,31, XP004522904 ISSN: 0026-0657 the whole document</p> <p>-----</p>	1-22

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2009/005925

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 4314694	C1	11-05-1994	AT 151322 T 15-04-1997
			AU 675494 B2 06-02-1997
			AU 5882594 A 21-11-1994
			DK 697931 T3 28-04-1997
			WO 9425205 A1 10-11-1994
			EP 0697931 A1 28-02-1996
			ES 2100048 T3 01-06-1997
			JP 3583129 B2 27-10-2004
			JP 8509196 T 01-10-1996
			US 5611978 A 18-03-1997
WO 2004039519	A2	13-05-2004	AU 2003259156 A1 25-05-2004
			EP 1556182 A2 27-07-2005
			EP 2133383 A1 16-12-2009
			US 2004079192 A1 29-04-2004
US 2004081574	A1	29-04-2004	AT 432137 T 15-06-2009
			EP 1554072 A1 20-07-2005
			ES 2327405 T3 29-10-2009
			WO 2004039520 A1 13-05-2004
US 6235076	B1	22-05-2001	EP 0913220 A1 06-05-1999
			WO 9841347 A1 24-09-1998
			TW 416878 B 01-01-2001

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP2009/005925

<b>A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES</b> INV. B22F1/00		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
<b>B. RECHERCHIERTE GEBIETE</b>		
Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) B22F C22C		
Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internat		
<b>C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN</b>		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	
	Betr. Anspruch Nr.	
A	DE 43 14 694 C1 (BASF AG [DE]) 11. Mai 1994 (1994-05-11) in der Anmeldung erwähnt Ansprüche 1-4; Beispiele 1-3	1-22
A	WO 2004/039519 A2 (HOEGANAES CORP [US]) 13. Mai 2004 (2004-05-13) Absätze [0033] - [0034] Absätze [0052] - [0054]	1-22
A	US 2004/081574 A1 (POSZMIK GEORGE [US] ET AL) 29. April 2004 (2004-04-29) Absätze [0017] - [0021] Absätze [0057] - [0058]	1-22
A	US 6 235 076 B1 (OZAKI YUKIKO [JP] ET AL) 22. Mai 2001 (2001-05-22) Spalte 2, Zeile 16 - Spalte 3, Zeile 10	1-22
-/-		
<input checked="" type="checkbox"/>	Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen	<input checked="" type="checkbox"/>
* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :		*T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem Internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
*A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist		*X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden
*E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist		*Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann nahelegend ist
*L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)		*Z* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist
*O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht		
*P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Abschließendes Datum des internationalen Recherchenberichts	
18. März 2010	29/03/2010	
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040. Fax: (+31-70) 340-3016	Bevollmächtigter Bediensteter  Lombois, Thierry	

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP2009/005925

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	<p>POSZMIK G ET AL: "Technology pushes green strength up in single press and sinter cycle" METAL POWDER REPORT, MPR PUBLISHING SERVICES, SHREWSBURY, GB, Bd. 59, Nr. 7, 1. Juli 2004 (2004-07-01), Seiten 26-28,31, XP004522904 ISSN: 0026-0657 das ganze Dokument</p> <p style="text-align: center;">-----</p>	1-22

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2009/005925

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 4314694 C1	11-05-1994	AT 151322 T	15-04-1997
		AU 675494 B2	06-02-1997
		AU 5882594 A	21-11-1994
		DK 697931 T3	28-04-1997
		WO 9425205 A1	10-11-1994
		EP 0697931 A1	28-02-1996
		ES 2100048 T3	01-06-1997
		JP 3583129 B2	27-10-2004
		JP 8509196 T	01-10-1996
		US 5611978 A	18-03-1997
WO 2004039519 A2	13-05-2004	AU 2003259156 A1	25-05-2004
		EP 1556182 A2	27-07-2005
		EP 2133383 A1	16-12-2009
		US 2004079192 A1	29-04-2004
US 2004081574 A1	29-04-2004	AT 432137 T	15-06-2009
		EP 1554072 A1	20-07-2005
		ES 2327405 T3	29-10-2009
		WO 2004039520 A1	13-05-2004
US 6235076 B1	22-05-2001	EP 0913220 A1	06-05-1999
		WO 9841347 A1	24-09-1998
		TW 416878 B	01-01-2001

## フロントページの続き

(51) Int.Cl.		F I		テーマコード(参考)
<b>C 0 4 B 35/622 (2006.01)</b>		C 0 4 B 35/00	1 0 8	
		C 0 4 B 35/00	E	

(81) 指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(72) 発明者 デ クリストファロ, ニコラ  
 ドイツ 4 2 8 5 9 レムシャイト バイジーパー シュトラーセ 1 0 3  
 Fターム(参考) 4G030 GA14 GA15 GA21 PA22  
 4K018 AA24 BC12 CA02 CA08 CA29 CA31 DA03 DA21 DA32