世界知的所有権機関
国際事務局

PCT

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(51) 国際特許分類6 **B22F 3/20**	**A1**	(11) 国際公開番号	**WO00/21703**
		(43) 国際公開日	2000年4月20日(20.04.00)

(21) 国際出願番号 PCT/JP99/05599

(22) 国際出願日 1999年10月8日(08.10.99)

(30) 優先権データ
特願平10/291210 1998年10月13日(13.10.98) JP

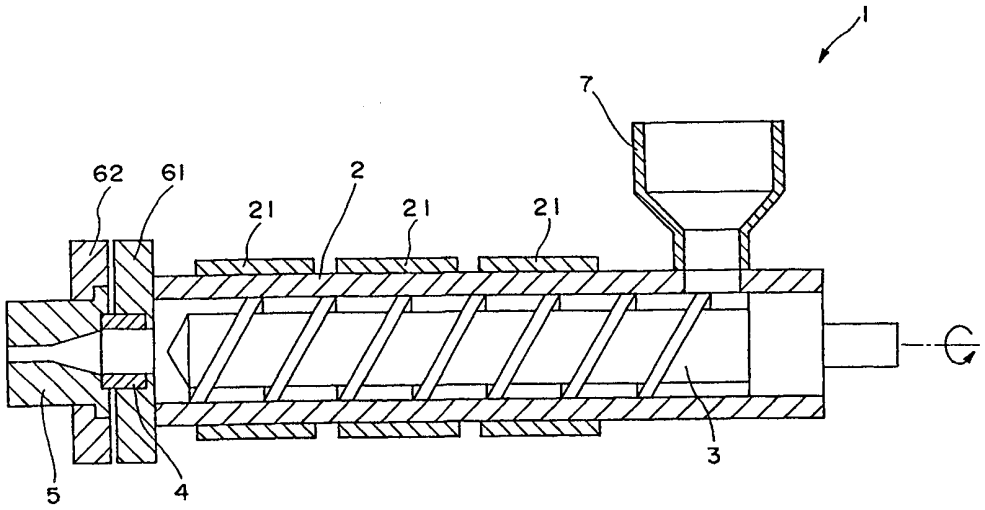
(71) 出願人（米国を除くすべての指定国について）
株式会社 インジェックス(INJEX CORPORATION)[JP/JP]
〒392-0027 長野県諏訪市湖岸通り一丁目18番12号
Nagano, (JP)
(72) 発明者；および
(75) 発明者／出願人（米国についてのみ）
坂田正昭(SAKATA, Masaaki)[JP/JP]
下平賢一(SHIMODAIRA, Kenichi)[JP/JP]
〒392-0027 長野県諏訪市湖岸通り一丁目18番12号
株式会社 インジェックス内 Nagano, (JP)
(74) 代理人
鈴木喜三郎, 外(SUZUKI, Kisaburo et al.)
〒392-8502 長野県諏訪市大和3丁目3番5号
セイコーエプソン株式会社 知的財産部内 Nagano, (JP)

(81) 指定国 KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)

添付公開書類
国際調査報告書
補正書

(54)Title: METHOD OF PRODUCING SINTERED BODY

(54)発明の名称 焼結体の製造方法



(57) Abstract

A method of producing a sintered body comprising the steps of extruding by an extruder (1) a compound containing metal powder, a binder and an organic material lower in melting point than the binder to produce a molded product with a desired shape (sectional shape) and sizes, a temperature at the extrusion outlet side die (52) of an extrusion die (5) being lower than a melting point of the binder and higher than a melting point of the organic material, degreasing (unbinding) the obtained molded product, the degreasing comprising a first step of degreasing in a low-temperature region and a second step of degreasing in a region higher in temperature than the region in the first step, and then sintering the obtained degreased body by firing in a sintering furnace to produce a sintered body (metal product).

(57)要約

本発明の焼結体の製造方法では、金属粉末と、バインダーと、バインダーより融点の低い有機材料を含むコンパウンドを用いて、押出成形機１により押出成形し、所望の形状（断面形状）、寸法の成形体を製造する。この際、押出ダイ５の押出口側ダイ５２の温度をバインダーの融点より低く、かつ、有機材料の融点より高くする。次いで、得られた成形体に対し、脱脂処理（脱バインダー処理）を施す。この脱脂は、低温域で脱脂を行う第１の工程と、この第１の工程より高温域で脱脂を行う第２の工程とに分けて行う。次いで、得られた脱脂体を焼結炉で焼成して焼結し、焼結体（金属製品）を製造する。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE アラブ首長国連邦
AL アルバニア
AM アルメニア
AT オーストリア
AU オーストラリア
AZ アゼルバイジャン
BA ボズニア・ヘルツェゴビナ
BB バルバドス
BE ベルギー
BF ブルギナ・ファソ
BG ブルガリア
BJ ベナン
BR ブラジル
BY ベラルーシ
CA カナダ
CF 中央アフリカ
CG コンゴー
CH スイス
CI コートジボアール
CM カメルーン
CN 中国
CR コスタ・リカ
CU キューバ
CY キプロス
CZ チェッコ
DE ドイツ
DK デンマーク
DM ドミニカ
EE エストニア
ES スペイン
FI フィンランド
FR フランス
GA ガボン
GB 英国
GD グレナダ
GE グルジア
GH ガーナ
GM ガンビア
GN ギニア
GW ギニア・ビサオ
GR ギリシャ
HR クロアチア
HU ハンガリー
ID インドネシア
IE アイルランド
IL イスラエル
IN インド
IS アイスランド
IT イタリア
JP 日本
KE ケニア
KG キルギスタン
KP 北朝鮮
KR 韓国
KZ カザフスタン
LC セントルシア
LI リヒテンシュタイン
LK スリ・ランカ
LR リベリア
LS レソト
LT リトアニア
LU ルクセンブルグ
LV ラトヴィア
MA モロッコ
MC モナコ
MD モルドヴァ
MG マダガスカル
MK マケドニア旧ユーゴスラヴィア共和国
ML マリ
MN モンゴル
MR モーリタニア
MW マラウイ
MX メキシコ
NE ニジェール
NL オランダ
NO ノールウェー
NZ ニュー・ジーランド
PL ポーランド
PT ポルトガル
RO ルーマニア
RU ロシア
SD スーダン
SE スウェーデン
SG シンガポール
SI スロヴェニア
SK スロヴァキア
SL シエラ・レオネ
SN セネガル
SZ スワジランド
TD チャード
TG トーゴー
TJ タジキスタン
TZ タンザニア
TM トルクメニスタン
TR トルコ
TT トリニダッド・トバゴ
UA ウクライナ
UG ウガンダ
US 米国
UZ ウズベキスタン
VN ヴィェトナム
YU ユーゴースラビア
ZA 南アフリカ共和国
ZW ジンバブエ

明　細　書

焼結体の製造方法

技術分野

本発明は、金属粉末の成形体を焼結してなる焼結体の製造方法に関する。

背景技術

金属材料を押出ダイより押し出して所定形状に成形する熱間押出加工が知られている。これにより、例えば、長尺の金属製品を製造することができる。

しかしながら、前記熱間押出加工では、設備が大がかりとなり、また、使用できる金属の種類が限られており（例えば、高速度鋼、ダイス鋼、超硬材料等の金属を熱間押出加工するのは難しい）、また、金属製品の寸法精度が悪いという欠点がある。

本発明の目的は、使用可能な金属の自由度が広く、容易に寸法精度の良い金属製品（特に、長尺物またはその切断物）を得ることができる焼結体の製造方法を提供することにある。

発明の開示

このような目的は、下記（１）～（８）の本発明により達成される。

（１）本発明は、金属粉末とバインダーとを含む組成物を押出成形機の押出ダイより押し出して押出成形する工程と、

得られた成形体に脱脂処理を施す工程と、

得られた脱脂体を焼結して焼結体を製造する工程とを有する焼結体の製造方法であって、

前記押出成形において、前記押出ダイに押し出し方向に沿って温度勾配を設けたことを特徴とするものである。

（２）前記温度勾配は、前記押出ダイの押出口側の温度が低くなるように設けられていることが好ましい。

（３）前記組成物は、前記バインダーより融点の低い有機材料を含んでいることが好ましい。

（４）前記有機材料は、バインダーとしての機能を有することが好ましい。

（５）前記バインダーの融点は、８０～３００℃であり、前記有機材料の融点は、－５０～８０℃であることが好ましい。

（６）前記押出ダイの押出口付近の温度を前記バインダーの融点より低く、かつ、前記有機材料の融点より高くして前記押出成形を行うことが好ましい。

（７）冷却装置と加熱装置とにより、前記押出ダイの押出口付近の温度を調節して前記押出成形を行うことが好ましい。

（８）前記脱脂処理の工程は、低温域で脱脂を行う第１の工程と、該第１の工程より高温域で脱脂を行う第２の工程とを有することが好ましい。

図面の簡単な説明

図１は、本発明に用いられる押出成形機の構成例を示す断面図である。

図２は、図１に示す押出成形機の押出ダイ（金型）およびその近傍を示す断面図である。

図３は、本発明における脱脂処理の際の炉内温度の経時変化の一例を示すグラフである。

符号の説明

１	押出成形機
２	シリンダー
２１	ヒーター
３	スクリュー
４	ブレーカーリング
５	押出ダイ（金型）
５１	注入口側ダイ
５２	押出口側ダイ
５３、５４	ヒーター（加熱装置）

５５　　冷却装置

６１、６２　　アダプタプレート

７　　ホッパー

１００　　成形体

発明を実施するための最良の形態

以下、本発明の焼結体の製造方法を好適実施例に基づいて詳細に説明する。

［１Ａ］組成物の製造

本発明に用いられる組成物は、金属粉末と、バインダー（結合剤）とを含み、好ましくは、さらに、前記バインダーより融点の低い有機材料を含む。

金属粉末を構成する金属材料（以下単に「金属材料」と言う）としては、特に限定されず、例えば、Ｆｅ、Ｎｉ、Ｃｏ、Ｃｒ、Ｍｎ、Ｚｎ、Ｐｔ、Ａｕ、Ａｇ、Ｃｕ、Ｐｄ、Ａｌ、Ｗ、Ｔｉ、Ｖ、Ｍｏ、Ｎｂ、Ｚｒ、Ｐｒ、Ｎｄ、Ｓｍ等のうちの少なくとも１種、あるいはこれらのうちの少なくとも１種を含む（主とする）合金が挙げられる。

特に、金属粉末としては、ステンレス鋼（例えば、ＳＵＳ３０４、ＳＵＳ３１６、ＳＵＳ３１７、ＳＵＳ３２９Ｊ１、ＳＵＳ４１０、ＳＵＳ４３０、ＳＵＳ４４０、ＳＵＳ６３０）、ダイス鋼、高速度工具鋼等に代表されるＦｅ系合金、ＴｉまたはＴｉ系合金、ＷまたはＷ系合金、Ｃｏ系超硬合金、Ｎｉ系サーメットが好ましい。

Ｔｉ系合金を構成するＴｉ以外の金属としては、例えば、Ｆｅ、Ｎｉ、Ｃｒ、Ｐｄ、Ｃｏ、Ｚｒ、Ａｌ、Ｖ、Ｍｏ、Ｓｎ、Ａｕ、Ａｇ、Ｃｕのうちの１種または２種以上が挙げられる。この場合、Ｔｉ以外の金属の合計含有量は、６０ｗｔ％以下であるのが好ましく、５０ｗｔ％未満であるのがより好ましい。

また、金属粉末の平均粒径は、特に限定されないが、１５０μｍ以下が好ましく、通常、０．１～６０μｍ程度がより好ましい。平均粒径が大き過ぎると、他の条件によっては、焼結密度が低下することがある。

なお、金属粉末の製造方法は、特に限定されず、例えば水またはガスアトマイズ法、還元法、カルボニル法、粉砕法により製造されたものを用いることができ

る。

バインダーとしては、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン－酢酸ビニル共重合体等のポリオレフィン、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート等のアクリル系樹脂、ポリスチレン等のスチレン系樹脂、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリアミド、ポリエステル、ポリエーテル、ポリビニルアルコール、またはこれらの共重合体等の各種樹脂等が挙げられ、これらのうちの１種または２種以上を混合して用いることができる。

有機材料としては、用いるバインダーより融点の低い有機材料であれば特に限定されず、例えば、各種ワックス、パラフィン、高級脂肪酸（例：ステアリン酸）、高級アルコール、高級脂肪酸エステル、高級脂肪酸アミドや、フタル酸エステル（例：ＤＯＰ、ＤＥＰ、ＤＢＰ）、アジピン酸エステル、トリメリット酸エステル、セバシン酸エステル等が挙げられ、これらのうちの１種または２種以上を混合して用いることができる。

特に、有機材料としては、バインダーとしての機能を有するものが好ましい。

前記有機材料のうち、バインダーの機能を有する有機材料としては、ワックス、パラフィン等が挙げられる。

前記有機材料のバインダーとしての機能（結合力等）は、前記バインダーのそれより低くてもよい。

組成物に、金属粉末と、バインダーと、有機材料とが含まれる場合には、前記バインダーの融点は、８０～３００℃程度が好ましく、８０～２５０℃程度がより好ましい。

また、前記有機材料の融点は、－５０～８０℃程度が好ましく、－４０～６０℃程度がより好ましい。

前記融点のバインダーおよび有機材料を用いると、特に寸法精度を向上させることができる。

前記金属粉末とバインダーとを用意し、好ましくは、前記金属粉末とバインダーと有機材料とを用意し、これらを混練機により混練し、混練物（コンパウンド）を得る。

なお、前記混練に際しては、前記金属粉末、バインダー、有機材料の他に、例

えば、潤滑剤、酸化防止剤、脱脂促進剤、界面活性剤等の各種添加物を必要に応じ添加することができる。

混練条件は、用いる金属粉末の金属組成や粒径、バインダー、有機材料の組成およびその配合量等の諸条件により異なるが、その一例を挙げれば、混練温度：５０～２５０℃程度、混練時間：２０～２１０分程度とすることができる。

混練物は、必要に応じ、ペレット（小塊）化される。ペレットの粒径は、例えば、１～１０mm程度とされる。

［２Ａ］押出成形

次に、前記工程［１Ａ］で得られた混練物または該混練物より造粒されたペレット（以下、これらを単に「コンパウンド」と言う）を用いて、押出成形機により押出成形し、所望の形状（断面形状）、寸法の成形体を製造する。

この場合、押出成形機の押出ダイ（金型）に、押し出し方向に沿って、好ましくは押出口側の温度が低くなるように、段階的または連続的に温度勾配を設けて前記押出成形を行う。

なお、製造される成形体の形状、寸法は、以後の脱脂および焼結による成形体の収縮分を見込んで決定される。

図１は、本発明に用いられる押出成形機の構成例を示す断面図、図２は、図１に示す押出成形機の押出ダイ（金型）およびその近傍を示す断面図である。なお、説明の都合上、図１および図２中左側を「先端」、右側を「基端」とする。

これらの図に示す押出成形機１は、スクリュー式押出成形機であり、図示しない基台と、この基台に支持されたシリンダー２と、アダプタプレート６１および６２と、ブレーカーリング４と、押出ダイ（金型）５と、シリンダー２内で回転するスクリュー３と、スクリュー３を回転駆動する図示しない駆動機構と、コンパウンドを貯留し、それをシリンダー２内に供給するホッパー７とを有している。

ブレーカーリング４および押出ダイ５は、アダプタプレート６１とアダプタプレート６２とで挟持された状態で、このアダプタプレート６１および６２を介してシリンダー２の先端に接続されている。この場合、シリンダー２と押出ダイ５との間にブレーカーリング４が位置している。なお、アダプタプレート６１とアダプタプレート６２は、図示しないネジで連結されている。

また、シリンダー２の外周には、ヒーター（加熱装置）２１が設置されている。

図２に示すように、押出ダイ５は、内径が押出口側へ向かって縮径するテーパ部を有する注入口側ダイ５１と、成形体の形状を規制する押出口側ダイ５２とで構成されている。注入口側ダイ５１と押出口側ダイ５２は、これらの中空部が連通するように接合されている。

注入口側ダイ５１の外周には、ヒーター（加熱装置）５３が設置されている。

押出口側ダイ５２の外周には、ヒーター（加熱装置）５４が設置され、先端（押出口側の端面）には、冷却装置５５が設置されている。

次に、図１および図２に基づいて、前記押出成形機１を用いた押出成形について説明する。

ホッパー７内に投入された図示しないコンパウンドは、シリンダー２内に供給される。

一方、スクリュー３は、駆動機構により、所定方向に所定の回転数（回転速度）で回転駆動される。

スクリュー３が所定方向に回転すると、シリンダー２内に供給されたコンパウンドは、そのスクリュー３により、シリンダー２内を先端側へ徐々に移送される。

スクリュー３の回転数は、特に限定されないが、例えば、１～２５０rpm 程度とするのが好ましい。

シリンダー２および注入口側ダイ５１は、それぞれ、ヒーター２１および５３により所定の温度分布に加熱されており、コンパウンドは、シリンダー２内を先端側へ移送される間に、コンパウンド中のバインダー（熱可塑性樹脂）の溶融温度（融点）以上の温度に加熱されて溶融する。このコンパウンドの溶融物は、低粘度化して流動性が向上し、圧密化により空孔が排除される。

シリンダー２および注入口側ダイ５１の温度は、それぞれ、特に限定されず、用いるバインダーや有機材料等によって適宜設定されるが、１００～４００℃程度が好ましく、１２０～３５０℃程度がより好ましい。

コンパウンドの溶融物は、シリンダー２の先端からブレーカーリング４内に供給され、このブレーカーリング４内を押出ダイ５側へ移送され、ブレーカーリング４の先端から押出ダイ５内に注入される。

そして、この押出ダイ５内に注入されたコンパウンドの溶融物は、押出ダイ５から連続的に押し出され、所定の形状に成形される。

この場合、押出口側ダイ５２の温度は、前記コンパウンドの溶融物を冷却して固化し得るように、冷却装置５５およびヒーター５４により所定の温度分布に調節されている。なお、押出口側ダイ５２の温度が目標温度より高いときは、押出口側ダイ５２を冷却装置５５により冷却し、逆に、押出口側ダイ５２の温度が目標温度より低いときは、押出口側ダイ５２をヒーター５４により加熱する。

従って、押出ダイ５の注入口側ダイ５１から押し出された材料は、押出口側ダイ５２を通過する際に冷却され、固化する。これにより、長尺の成形体１００が連続的に製造される。

この成形体１００は、所望の長さに切断され、これにより、所望の形状、寸法の成形体が得られる。

押出口側ダイ５２の温度（押出ダイ５の押出口付近の温度）は、注入口側ダイ５１の温度（押出ダイ５の注入口付近の温度）より低くするのが好ましく、特に、バインダーの融点より低く、かつ、有機材料の融点より高くするのが好ましい。

押出口側ダイ５２の温度をバインダーの融点より低く、かつ、有機材料の融点より高くして押出成形を行うことにより、コンパウンド中の有機材料は溶融状態を保ち、バインダーのみが固化する。これにより、成形体１００は、その形状を保ちつつ、円滑に、押出ダイ５から押し出される。すなわち、円滑かつ確実に押出成形することができる。押出成形された成形体１００は、その形状を保つことができ、これにより高い寸法精度が得られる。

前記押出口側ダイ５２の温度は、特に限定されず、用いるバインダーや有機材料等によって適宜設定されるが、３０～１２０℃程度が好ましく、３０～９０℃程度がより好ましい。

また、押出圧力は、好ましくは１０００kg/cm^{2}以下、より好ましくは５００kg/cm^{2}以下とされる。

また、押出速度は、好ましくは０．１～５０mm/sec程度、より好ましくは０．２～２０mm/sec程度とされる。

なお、成形体の横断面形状は、押出ダイ５の押出口の形状の選定により決定さ

れる。

押出ダイ５を単一のダイで構成すれば、円柱等の棒状や板状の成形体（最終的には金属製品）が得られ、押出ダイ５を外ダイと内ダイとで構成すれば、円筒等の中空形状の成形体（最終的には金属製品）が得られる。また、押出ダイ５の押出口の形状の選定により、薄肉のものや異形断面のものでも容易に製造することができる。また、成形体１００の切断長さの調整により、扁平から長尺のものまで、あらゆる長さの成形体（最終的には金属製品）を製造することができる。

以上では、スクリュー式押出成形機について代表的に説明したが、本発明では、これに限らず、その他、例えば、ラム押出成形機を用いて押出成形してもよい。このラム押出成形機は、図１に示す押出成形機１において、スクリュー３を、シリンダー２内で往復動するピストンに代えた構造のものである。

また、本発明では、ホッパー７には、コンパウンドではなく、前述した組成物の混合物を貯留し、この混合物をシリンダー２内へ供給してもよい。

また、本発明では、成形条件等は、上記範囲のものに限定されないことは、言うまでもない。

［３Ａ］成形体の脱脂処理

前記工程［２Ａ］で得られた成形体に対し、脱脂処理（脱バインダー処理）を施す。

この脱脂処理としては、非酸化性雰囲気、例えば真空または減圧状態下（例えば1×10^{-1}～1×10^{-6} Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス等の不活性ガス中で、熱処理を行うことによりなされる。

この場合、熱処理条件としては、好ましくは温度１５０～７５０℃程度で０．５～４０時間程度、より好ましくは温度２５０～６５０℃程度で１～２４時間程度とされる。

また、このような熱処理による脱脂は、種々の目的（例えば脱脂時間の短縮の目的）で、複数の工程（段階）に分けて行われてもよい。この場合、例えば、前半を低温で、後半を高温で脱脂処理するような方法や、低温と高温を繰り返し行う方法が挙げられる。

特に、成形体に、金属粉末と、バインダーと、有機材料とが含まれる場合には、

前記脱脂を、低温域で脱脂を行う第１の工程と、この第１の工程より高温域で脱脂を行う第２の工程とに分けて行うのが好ましい（図３参照）。この場合、まず、低温域で脱脂（第１の工程）を行い、この後、高温域で脱脂（第２の工程）を行うのがより好ましい。

一般に、樹脂等の分解温度は、その融点と相関があり、前記成形体中の有機材料の分解温度は、バインダーの分解温度より低い。このため、脱脂の際は、まず、第１の工程で、分解温度の低い有機材料が分解除去され、この後、第２の工程で、分解温度の高いバインダーが分解除去される。この第２の工程では、バインダーは、有機材料が分解除去されて形成された空隙（空孔）を通って除去される。

この２段階の脱脂により、脱脂を効率良く行うことができ、また、脱脂時間を短縮することができる。さらに、割れ等の脱脂欠陥の発生をより確実に防止することができるとともに、成形体中からの脱脂が均一になされ、これにより、変形が防止され、また、寸法精度が向上する。

第１の工程での熱処理条件としては、好ましくは温度１００～４００℃程度で０．５～３０時間程度、より好ましくは温度１５０～３５０℃程度で１～２０時間程度とされる。

また、第２の工程での熱処理条件としては、好ましくは温度２５０～７５０℃程度で０．５～３５時間程度、より好ましくは温度１５０～３５０℃程度で１～２４時間程度とされる。

なお、本発明では、脱脂処理は、バインダー、有機材料、添加剤中の特定成分を所定の溶媒（液体、気体）を用いて溶出させることにより行ってもよい。

［４Ａ］焼結

前記工程［３Ａ］で得られた脱脂体（脱脂処理がなされた成形体）を焼結炉で焼成して焼結し、金属焼結体（焼結体）を製造する。

この焼結により金属粉末が拡散、粒成長して結晶粒となり、全体として緻密な、すなわち高密度、低空孔率の焼結体が得られる。

焼結における焼結温度は、特に限定されないが、例えば、金属組成がＦｅまたはＦｅ系合金の場合、好ましくは９５０～１４５０℃程度、より好ましくは１１００～１４００℃程度とされ、ＴｉまたはＴｉ系合金の場合、好ましくは９００

～１３５０℃程度、より好ましくは１０００～１３００℃程度とされる。

焼結時間は、前述したような焼結温度の場合、好ましくは０．５～８時間程度、より好ましくは１～５時間程度とされる。

また、焼結雰囲気は、非酸化性雰囲気とされるのが好ましい。これにより、焼結体の空孔率の低減に寄与する。

好ましい焼結雰囲気としては、1×10^{-2} Torr 以下（より好ましくは1×10^{-2}～1×10^{-6} Torr ）の減圧（真空）下、または１～７６０Torrの窒素ガス、アルゴンガス等の不活性ガス雰囲気、または１～７６０Torrの水素ガス雰囲気であるのが好ましい。

なお、焼結雰囲気は、焼結の途中で変化してもよい。例えば、最初に1×10^{-2}～1×10^{-6} Torr の減圧（真空）下とし、途中で前記のような不活性ガスに切り替えることができる。

以上のような条件で焼結を行うことにより、さらなる空孔率の低減、すなわち焼結体の高密度化に寄与するとともに、高い寸法精度が得られ、また、焼結の効率が良く、より短い焼結時間で焼結を行うことができ、生産性も向上する。

また、焼結は、２段階またはそれ以上で行ってもよい。例えば、焼結条件の異なる第１の焼結と第２の焼結とを行うことができる。この場合、第２の焼結の焼結温度を、第１の焼結の焼結温度より高い温度とすることができる。これにより、焼結の効率がさらに向上し、空孔率の更なる低減を図ることができる。

なお、本発明においては、任意の目的で、工程［１Ａ］の前工程、工程［１Ａ］～［４Ａ］の間に存在する中間工程、または工程［４Ａ］の後工程が存在していてもよい。

以上のような焼結体の製造方法によれば、簡易な設備で、寸法精度が高く、連続的な製造が可能で、量産に適した焼結体（金属製品）、特に長尺物またはその切断物を製造することができる。

また、従来の熱間押出加工では製造するのが難しい高速度鋼、ダイス鋼、超硬材料等の製品、特に長尺の製品またはその切断物を容易に製造することができる。すなわち、使用可能な金属の自由度が広い。

また、組成物に、金属粉末と、バインダーと、バインダーより融点の低い有機

材料とが含まれ、押出ダイ５の押出口側ダイ５２の温度を前記バインダーの融点より低く、かつ、前記有機材料の融点より高くして押出成形を行い、第１の工程と第２の工程とに分けて脱脂を行う場合には、変形、ワレ、ヒケ等の欠陥をより確実に防止することができ、寸法精度を向上させることができ、また、製造時間を短縮することができる。

また、冷却装置５５とヒーター５４とにより、押出ダイ５の押出口側ダイ５２の温度を調節するので、その温度をより確実に目標温度に設定することができる。

【実施例】

次に、本発明の焼結体の製造方法の具体的実施例について説明する。

（実施例１）

下記の金属粉末と、バインダーと、有機材料とを混合し、これらを混練機にて１３５℃で１時間混練して、混練物を得た。

〈金属粉末〉

ステンレス鋼（ＳＵＳ３１６Ｌ）粉末（平均粒径８μｍ）：９５wt%

〈バインダー〉

ポリエチレン（ＰＥ）（融点１３２℃）：１．３wt%

エチレン－酢酸ビニル共重合体（ＥＶＡ）（融点８４℃）：１．５wt%

〈有機材料〉

パラフィンワックス（融点５５℃）：１．４wt%

フタル酸ジブチル（ＤＢＰ）（融点－３５℃）：０．８wt%

次に、得られた混練物を粉砕、分級して平均粒径３mmのペレットとし、該ペレットを用いて、図１に示す押出成形機により、下記の条件で押出成形し、切断して、円筒状の成形体（外径φ２２．５mm、内径φ１８．０mm、長さ５６mm）を得た。なお、押出成形機の押出ダイとしては、円筒状の成形体を製造するための押出ダイを用いた。

シリンダーの温度：１５０℃

押出ダイの注入口側ダイの温度：１４０℃

押出ダイの押出口側ダイの温度：６５℃

次に、得られた成形体に対し、脱脂炉を用いて、1×10^{-3} Torr の減圧下で、

図３のグラフに示す温度パターンで脱脂処理を行った。

なお、第１の工程では、温度３００℃で３時間保持し、第２の工程では、温度５００℃で１時間保持した。

次に、得られた脱脂体（脱脂処理がなされた成形体）を、焼結炉を用いて、アルゴンガス雰囲気で、温度１３５０℃で３時間焼結して、円筒状の焼結体（目標寸法：外径φ２０．０mm、内径φ１６．０mm、長さ５０mmの金属製品）を得た。

（実施例２）

混練物（ペレット）の材料を下記のものに変更した以外は、実施例１と同様にして、焼結体（目標寸法：外径φ２０．０mm、内径φ１６．０mm、長さ５０mmの金属製品）を製造した。

〈金属粉末〉

ステンレス鋼（ＳＵＳ３１６Ｌ）粉末（平均粒径８μｍ）：９５wt%

〈バインダー〉

ポリエチレン（ＰＥ）（融点１３２℃）：２．５wt%

エチレン－酢酸ビニル共重合体（ＥＶＡ）（融点８４℃）：２．５wt%

（比較例１）

ステンレス鋼（ＳＵＳ３１６Ｌ）を用いて、熱間押出加工により、円筒状の金属製品（目標寸法：外径φ２０．０mm、内径φ１６．０mm）を製造した。この熱間押出加工の条件は、温度１１００℃、押出圧力３ton/cm^{2}であった。

前記実施例１、２および比較例１で製造された金属製品の外径および内径寸法を測定し、目標寸法に対する誤差を求めた。その結果は、下記の通りである。

実施例１：誤差±０．１５%

実施例２：誤差±０．４０%

比較例１：誤差±３．０%

実施例１および２の製造方法、特に実施例１の製造方法では、寸法精度が高い。

これに対し、比較例１の製造方法では、寸法精度が悪く、また、高温、高圧力を必要とし、設備が大がかりであった。

以上、本発明の焼結体の製造方法を各実施例に基づいて説明したが、本発明はこれらに限定されるものではない。

以上説明したように、本発明の焼結体の製造方法によれば、押出ダイに押し出し方向に沿って温度勾配を設けて押出成形を行うので、容易に、高い寸法精度の金属焼結品（焼結体）、特に長尺物またはその切断物を得ることができる。

また、組成物に、金属粉末と、バインダーと、バインダーより融点の低い有機材料とが含まれる場合には、押出成形の際の成形性と、脱脂の際の脱脂性とを向上させることができ、これにより、金属焼結品の寸法精度を向上させることができ、また、金属焼結品の製造時間を短縮することができる。

また、押出ダイの押出口付近の温度をバインダーの融点より低く、かつ、有機材料の融点より高くして押出成形を行う場合には、円滑かつ確実に押出成形することができ、これにより、金属焼結品の寸法精度を向上させることができる。

また、脱脂処理の工程が、低温域で脱脂を行う第１の工程と、該第１の工程より高温域で脱脂を行う第２の工程とを有する場合には、脱脂を効率良く行うことができ、脱脂時間を短縮することができ、割れ等の脱脂欠陥の発生をより確実に防止することができ、また、金属焼結品の寸法精度を向上させることができる。

請求の範囲

1．金属粉末とバインダーとを含む組成物を押出成形機の押出ダイより押し出して押出成形する工程と、

得られた成形体に脱脂処理を施す工程と、

得られた脱脂体を焼結して焼結体を製造する工程とを有する焼結体の製造方法であって、

前記押出成形において、前記押出ダイに押し出し方向に沿って温度勾配を設けたことを特徴とする焼結体の製造方法。

2．前記温度勾配は、前記押出ダイの押出口側の温度が低くなるように設けられている請求の範囲第1項に記載の焼結体の製造方法。

3．前記組成物は、前記バインダーより融点の低い有機材料を含んでいる請求の範囲第1項または第2項に記載の焼結体の製造方法。

4．前記有機材料は、バインダーとしての機能を有する請求の範囲第3項に記載の焼結体の製造方法。

5．前記バインダーの融点は、８０～３００℃であり、前記有機材料の融点は、－５０～８０℃である請求の範囲第3項に記載の焼結体の製造方法。

6．前記押出ダイの押出口付近の温度を前記バインダーの融点より低く、かつ、前記有機材料の融点より高くして前記押出成形を行う請求の範囲第3項に記載の焼結体の製造方法。

7．冷却装置と加熱装置とにより、前記押出ダイの押出口付近のの温度を調節して前記押出成形を行う請求の範囲第1項または第2項に記載の焼結体の製造方法。

８．前記脱脂処理の工程は、低温域で脱脂を行う第１の工程と、該第１の工程より高温域で脱脂を行う第２の工程とを有する請求の範囲第１項または第２項に記載の焼結体の製造方法。

補正書の請求の範囲

[２０００年２月１０日（１０．０２．００）国際事務局受理：出願当初の請求の範囲３及び６は取り下げられた；出願当初の請求の範囲１，４，５，７は補正された；他の請求の範囲は変更なし。（２頁）]

１．（補正後）金属粉末とバインダーとを含む組成物を押出成形機の押出ダイより押し出して押出成形する工程と、

得られた成形体に脱脂処理を施す工程と、

得られた脱脂体を焼結して焼結体を製造する工程とを有する焼結体の製造方法であって、

前記組成物は、前記バインダーより融点の低い有機材料を含んでおり，

前記押出成形において、前記押出ダイに押し出し方向に沿って温度勾配を設けてなり，前記押出ダイの押出口付近の温度を前記バインダーの融点より低く、かつ、前記有機材料の融点より高くして前記押出成形を行うことを特徴とする焼結体の製造方法。

２．前記温度勾配は、前記押出ダイの押出口側の温度が低くなるように設けられている請求の範囲第１項に記載の焼結体の製造方法。

３．（削除）

４．（補正後）前記有機材料は、バインダーとしての機能を有する請求の範囲第１項に記載の焼結体の製造方法。

５．（補正後）前記バインダーの融点は、８０～３００℃であり、前記有機材料の融点は、－５０～８０℃である請求の範囲第１項に記載の焼結体の製造方法。

６．（削除）

７．（補正後）冷却装置と加熱装置とにより、前記押出ダイの押出口付近の温度を調節して前記押出成形を行う請求の範囲第１項または第２項に記載の焼結体の製造方法。

８．前記脱脂処理の工程は、低温域で脱脂を行う第１の工程と、該第１の工程より高温域で脱脂を行う第２の工程とを有する請求の範囲第１項または第２項に記載の焼結体の製造方法。

図 1

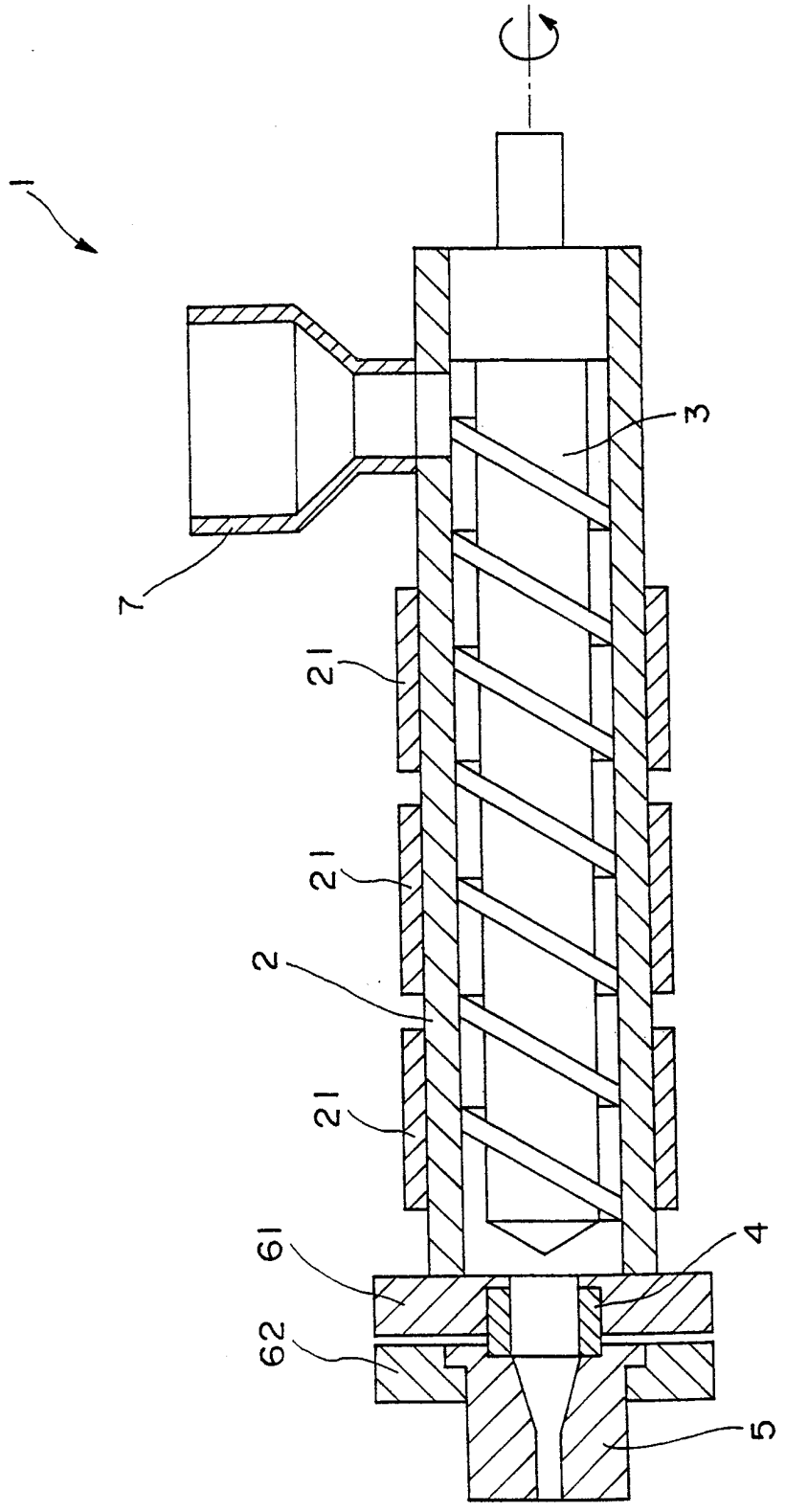


図 2

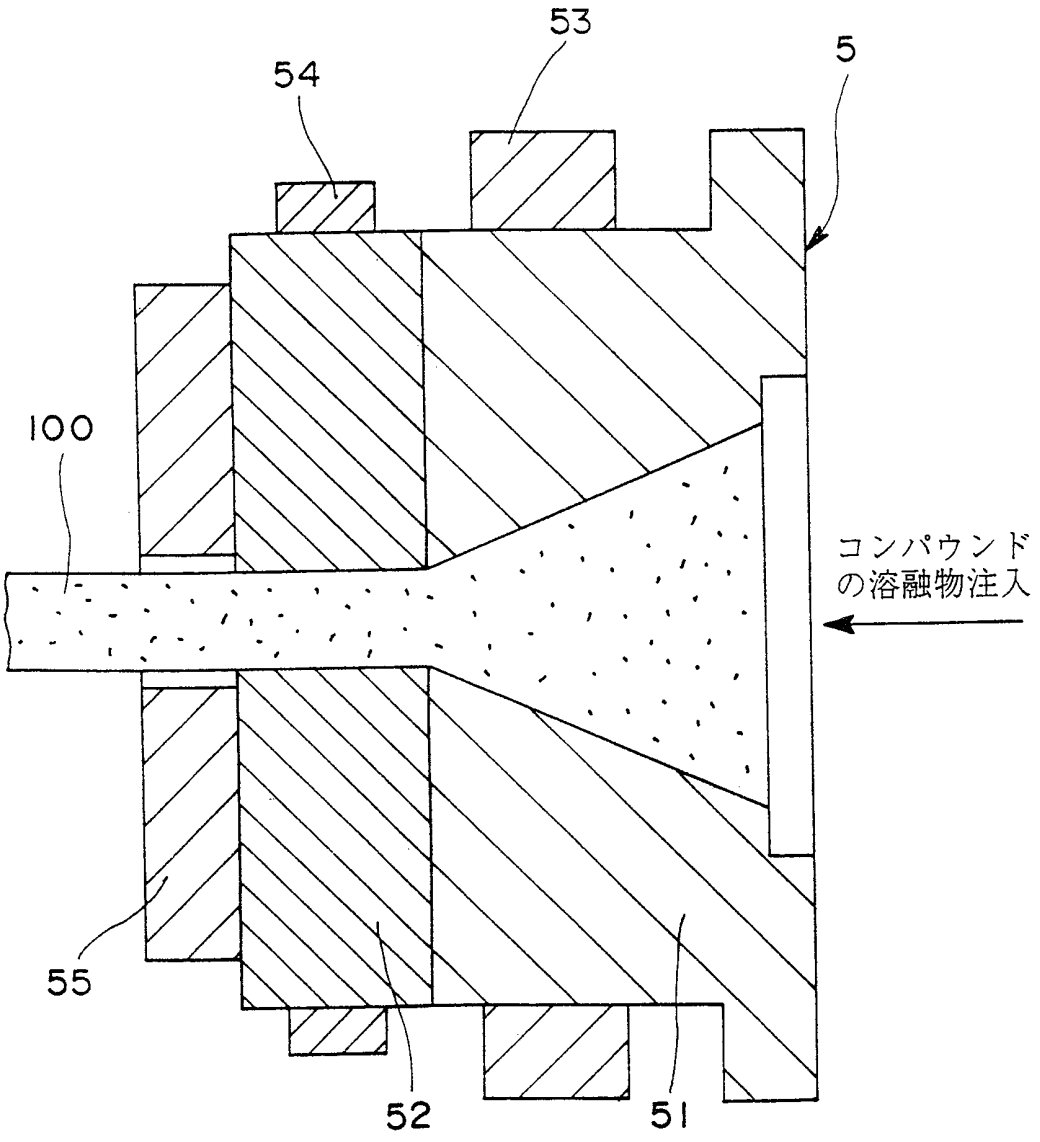
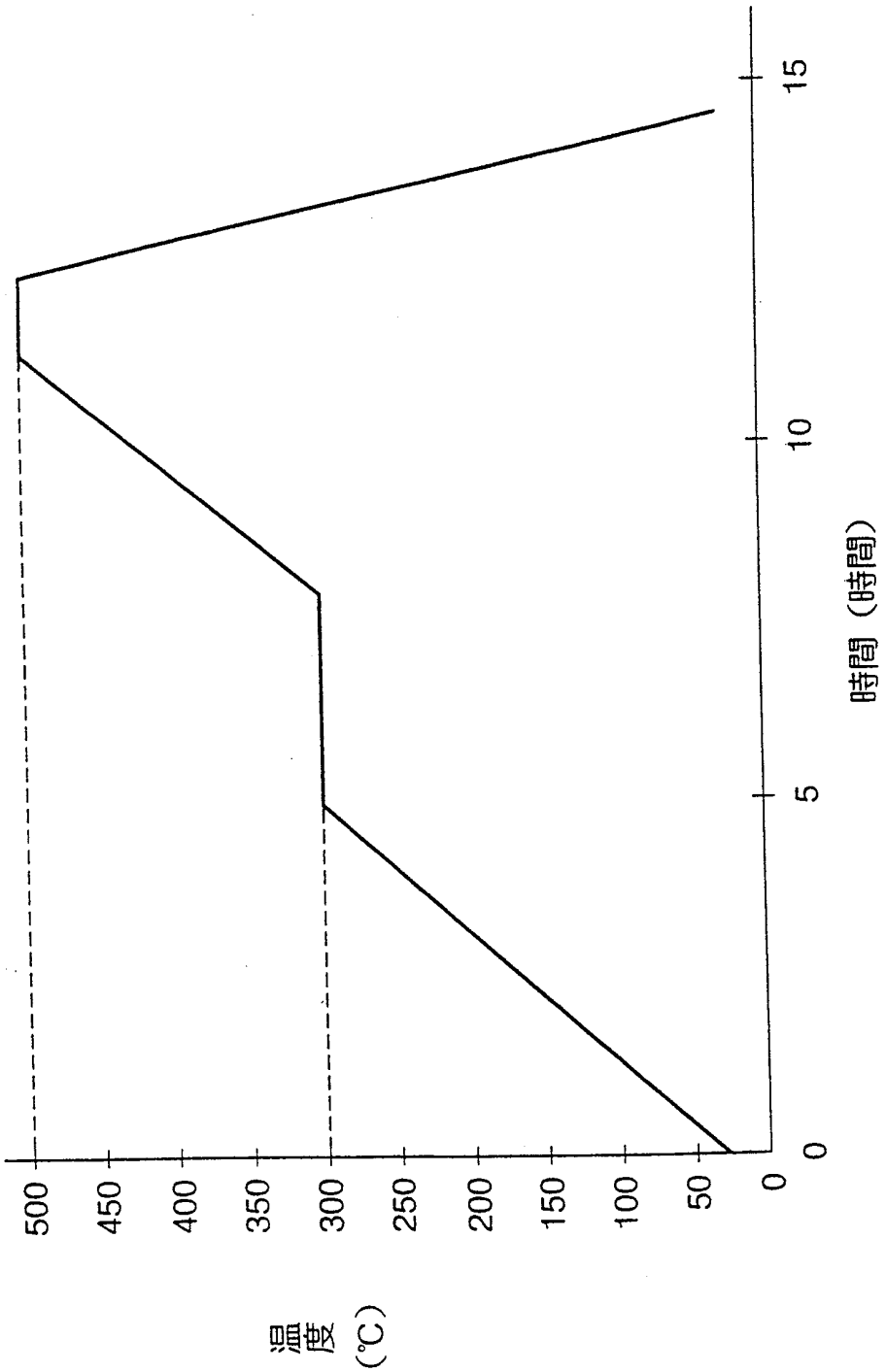


図 3



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP99/05599

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int. Cl^6 B22F3/20

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int. Cl^6 B22F3/20

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-1999
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-1999 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-1999

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP, 60-216512, A (Seiko Epson Corporation), 30 October, 1985 (30.10.85), Par. Nos. [0012], [0028] (Family: none)	1-8
X	JP, 09-148166, A (Seiko Epson Corporation), 06 June, 1997 (06.06.97), Claim 1; Par. No. [0025]; Fig. 2 (Family: none)	1-8

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ 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	Date of mailing of the international search report
16 November, 1999 (16.11.99)	24 November, 1999 (24.11.99)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

国際調査報告

国際出願番号　PCT／JP　99／05599

A.　発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int Cl⁶　B22F3／20

B.　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int Cl⁶　B22F3／20

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報　1926－1996
日本国公開実用新案公報1971－1999
日本国登録実用新案公報1994－1999
日本国実用新案登録公報1996－1999

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C.　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求の範囲の番号
	次頁参照	

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日　16．11．99	国際調査報告の発送日　24.11.99
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ISA／JP） 郵便番号100－8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官（権限のある職員）　4K　7454 山本　一正　印 電話番号　03－3581－1101　内線　6729

様式PCT／ISA／210（第2ページ）（1998年7月）

国際調査報告

国際出願番号 PCT／JP 99／05599

C（続き）． 関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求の範囲の番号
X	JP，60－216512，A（セイコーエプソン株式会社），30．10月．1985（30．10．85）（ファミリーなし）段落0012、0028	1－8
X	JP，09－148166，A（セイコーエプソン株式会社），06．06月．1997（06．06．97）（ファミリーなし）請求項1、段落0025，図2	1－8