

粉から新しいものづくり

Brand-New Productive Process with Powder Materials

九州大学大学院 工学研究院
教授

三浦秀士
Hideshi Miura



1. はじめに

粉末冶金（Powder Metallurgy：以下P/Mと略記する）は、焼結（金属やセラミックスなどの粉末から特異な性質を引き出すために高温（融点以下の温度）にて粒子同士を接合するもので、成分系によっては液相を介する焼結もある）という現象を利用した金属加工法であり、高度工業社会における素材や製品の製造法の1つとして重要な役割を果たしている。

P/Mの最大の魅力は粉末を成形・焼結することによって直接最終製品形状に成形（Near Net あるいは Net Shaping）できることであり、材料特性、組成、熱処理および微細組織においてかなりの自由度を持っていることから、溶製法では発現し得ない特性が得られるとともに経済的に量産できることも利点である¹⁾。このような特徴を有するP/M法により、図1に示すようなギヤやベアリング、コネクティングロット（自動車用）などの各種機械構造用部品をはじめとして、超硬チップや金型などの切削・耐摩耗工具材料、WやMoなどの高融点金属材料、フィル

ターや生体用インプラントなどの多孔質材料、電気回路開閉器やパンタグラフすり板などの電気接点・集電材料、磁性コアやセンサーリングなどの磁性材料が生産されている。

従来より、高密度で高性能なP/M製品を目指して、

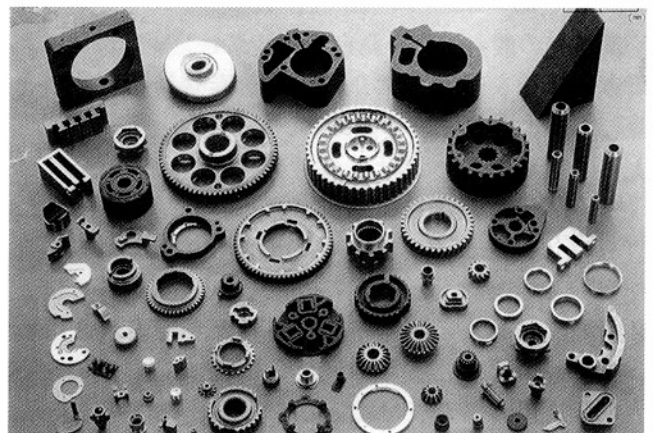


図1 金型プレス成形(P/M)による製品の一例
(提供 日立粉末冶金(株))

表1 最新のP/M用途例¹⁾

用途	要求特性	プロセスと材料
耐食性部品	真密度、均一合金	HIP、チタン
熱処理装置	耐浸炭性と耐クリープ性	反応性決焼結、押出し、ニッケルアルミナイド
貴金属装身具類	美観、複雑形状	射出成形、貴金属、チタン
管、薄板、棒、板	真密度、ネットシェイプ	スプレーフォーミング、鋼、超合金
磁性部品	磁性的機能、耐環境性	焼結、射出成形、急冷凝固粉末
被覆材	耐酸化と耐食性	スプレーフォーミング、金属間化合物
マイクロエレクトロニクス用基板	熱的性質の調整、マイクロ波吸収	射出成形、W-Cu、Mo-Cu、Al-SiC、Al-AlN
高融点金属	複雑形状	HIPなどの完全緻密化法、特殊合金
航空機構造用部材	高い比強度	HIPなどの完全緻密化法、急冷凝固Al合金
構造用部材	疲労強度と破壊強度	粉末鍛造、鉄合金
動膜フィルター	小さな気孔寸法、耐食性	CIP、ステンレス鋼
耐摩耗構造用部材	軽量、高耐摩耗性	ホットプレス、ホウ物、Al基複合材

粉末の製造から成形、焼結、後加工に至る各プロセスの改良や新しい技術の開発が行われているが、とりわけ最近のP/M技術は表1¹⁾に示すように他の素形加工技術との境界領域における加工や複合加工技術が多く見受けられるようである。例えば、粉末鍛造法はP/Mと鍛造、粉末射出成形法はP/Mとプラスチック成形、スプレーフォーミング（噴霧成形）法はP/Mと鋳造や溶射を組み合わせたもので、このような新しい技術に関する知識や応用分野などを知っておくことは、これからの新材料や新製品の製造・開発にとっても大いに参考になるものと思われる。本稿では、斬新で、かつユニークな幾つかの成形・焼結技術に焦点を絞り、それらについて概説するが、その他の技術に関しては、できるだけ新しい文献（総説等）を掲げているので、それらを参照されたい。

2. 新しいプレス成形技術

P/M産業界で最も用いられている成形法としては、従来からの金型によるプレス成形があり、高度に発達した各種機械や機器の部品性能の要求に応えるべく、より一層複雑な形状で高密度、かつ高性能な特性を兼ね備えた部品の製造のための金型プレス成形関連技術が多数開発されている。例えば、圧縮性に富む粉末製造技術の開発²⁾から成形用金型・プレス機周辺技術の改善³⁾、焼結鍛造⁴⁾やHIP⁵⁾の利用、接合技術の改良⁶⁾に至るまで広範囲に及んでおり、枚挙にいとまがないほどである。ここでは成形技術そのものに着目し、ここ10年間で急速に発達しつつある2つの新しい工業的にも有用なプレス成形技術を紹介する。

2-1 CNC粉末成形

プレスによる粉末圧縮成形工程において最も重要な点は、成形体の密度ができるだけ高く均一なことであり、抜出時に割れなどの欠陥が生じないことである。単純形状のものを成形する場合には普通のプレス機と金型を用いて何ら問題はなかったが、製品の形状が複雑多様化（含大型化）するに伴い、プレス機の大形化、金型セットの多段化、コンピュータ導入による数値制御化へと展開しており、なかでも駆動源にサーボ機構を導入してすべての粉末成形動作をCNC（Computer Numerical Control）制御するCNC粉末成形プレス⁷⁾の開発がある。CNC粉末成形によれば、まずサーボ技術の適用による高精度の送り・位置決めが可能となり、金型動作・成形速度・加圧力なども厳密に制御できることから、健全かつ高精度の製品が再現性良く得られるとともに、多層/多重成形や多段成形などの複雑な成形動作も管理・制御でき、工程時間の短縮化や稼働率の向上にも大きく貢献す

ることが期待されている⁸⁾。ただ、CNC粉末成形をうまく行うためには、成形時の粉末の流れや圧縮挙動を熟知し予測できることが鍵となるが、それらの解明に関しては未だ不十分で、金型内での粉末の流れや密度分布の最適化のための粉末成形に関するシミュレーション⁹⁾の発展が望まれる。

2-2 温間成形

焼結体の機械的特性は一般に密度の上昇とともに向上し、とりわけ高密度域（真密度の90%以上）での向上には著しいものがある。このため、通常のプレス成形による成形体の密度を少しでも上げようと再加圧再焼結や焼結後に鍛造あるいは銅溶浸などを施すという様々な手法¹⁰⁾が採用されているが、経済的にコスト高になっているのが現状である。そこで、高強度焼結部品を従来法に比べて経済的に製造できる技術として開発されたのが、温間成形¹¹⁾（Warm Compaction）プロセスである。本プロセスの特徴は、単に粉末および成形用金型を加熱して従来通りの成形を行うことにある。粉末は加熱されるために従来のステアリン酸系の潤滑剤は使用できず、加熱温度での潤滑特性を損なうことなく、しかも添加量が少なく済む新しいタイプの有機系潤滑剤が開発されている。粉末の流動度や抜出応力を考慮すると、粉末の加熱温度は130℃、金型温度は150℃が望ましいとされている¹²⁾。いずれにしても、温間成形によれば従来の成形法に比べ0.15~0.30Mg/m³の密度上昇が得られ、この値は再加圧再焼結によるものとほぼ同程度である。潤滑剤の液化に伴う粉末粒子の再配列充填や温度上昇に伴う塑性変形のし易さが寄与しているものと思われる。なお圧粉強度が約100%増加することから、複雑形状部品の成形歩留まりの向上や直接機械加工ができることも利点とされている。ただ品質や寸法精度の観点から、添加する潤滑剤の組成や量および金型の熱膨張や弾性変形を考慮した加圧荷重の最適化など検討すべき課題も残されている。

3. バインダを利用した新しい成形技術

焼結により十分に緻密化する粉末は、有機系バインダを用いることで低い圧力で成形することができる。バインダは形状付与と焼結に至るまでの形状保持という重要な役割を果たすが、最終的には除去される。ここではこの10年間で急速に発達した金属粉末射出成形¹³⁾（MIM：Metal Injection Molding）プロセスに関する技術の最近の動向を紹介する。

金属粉末射出成形

P/Mにおいては高い形状の自由度と高密度化を比較的容易に両立させうるような成形技術が望まれてい

るわけであるが、その1つとして開発された技術がMIMプロセスである。本プロセスは図2¹⁾に示すように、まず金属粉末と有機系バインダを加熱混練し、プラスチックの場合と同様な成形を行ったのち、本プロセス特有の脱バインダ工程を経て焼結を施すのが基本工程である。とくに原料粉末として平均粒径が10 μ m前後の、従来のP/M用に比べ1桁細かい球状に近い粉末を用いることから、焼結の促進に伴う高密度材（真密度に近い）が得られ、機械的性質のみならず各種機能性も著しく向上するのが特徴である¹³⁾。

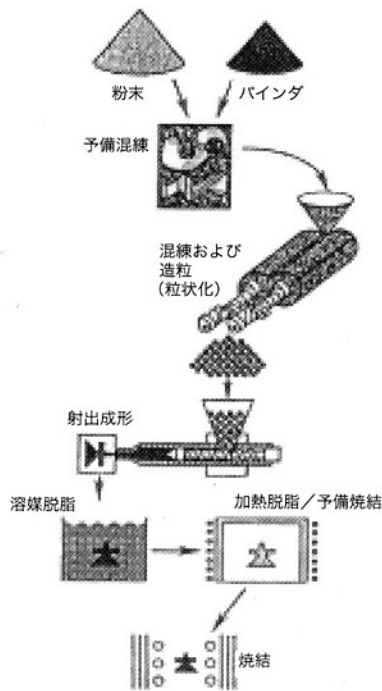


図2 金属粉末射出成形の工程概略図¹⁾

この他、旧来のP/M法（プレス成形）では成形が難しい硬質金属材料、あるいはこれまでの成形技術では困難であった低熱膨張合金やTi合金、軟質磁性材料などの難加工性機能材料にも適用できるため、用途に応じた材料の選択自由度が大きいことも特徴である。MIMの用途はとくに限定されておらず、最近では1kgに近い大物品もあるが、一般には100g以下の複雑形状の小物品が主な対象で、時計などの精密機器部品、医療機器部品、電子・磁気部品、OA関連ならびに自動車・航空機用部品などの多岐にわたる分野で使用されている。図3に製品の一部を示す。

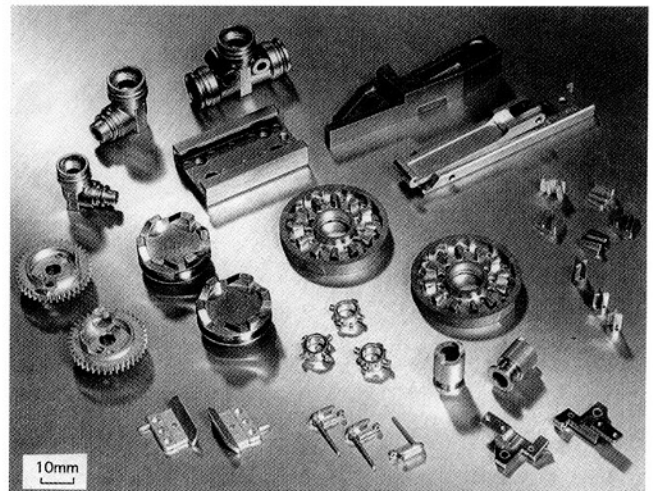


図3 金属粉末射出成形（MIM）による製品の一例（提供（株）インジェックス）

バインダには成形性、離型性、保形性、脱バインダ性などの各種特性が要求されるが、すべての要求を十分に満たすようなバインダは開発されておらず、

表2 各種脱バインダ法¹⁴⁾

プロセス名	バインダ成分	脱バインダ条件
加熱分解		
MACPHERSONプロセス	PE、樟脳	真空
WITECプロセス	WAX、PE	乱送風、吸収体
VIプロセス	WAX、PE、PP	高真空、蒸発
(発揮)		
RIVERSプロセス	水、メチルセルロース	金型内脱水
QUICKSETプロセス	水、PEG	冷凍乾燥
溶媒抽出		
WITECプロセス	PE、PS、PEG	水、塩化メチレン
MACPHERSONプロセス	PE、PS	トリクレン
AMAXプロセス	WAX、PE、PP ピーナツオイル	塩化メチレン
化学分解		
BASFプロセス	変性POM	硝酸、蔘酸蒸気
UV分解プロセス	WAX、アクリル	紫外線照射

PE:ポリエチレン、PP:ポリプロピレン PEG:ポリエチレングリコール PS:ポスチレン POM:ポリエステール

下記の各種脱バインダ法に合った多種多様なバインダ系が開発されている。今のところ、取扱いや処理が容易なワックス系（熱可塑性樹脂と混合）のものが最も多用されている。脱バインダ法としては、表2¹⁴⁾にも示すように加熱、溶媒、超臨界ガス、紫外線などを用いた多種多様のプロセスが開発されているが、工業的には熱分解や溶媒抽出が主に採用されている。ただ前者では、脱バインダに長時間を要したり、製品形状の変形が生じ易いなどの問題が依然として残されている。また後者では、それらの欠点がかなり克服されるものの、溶媒には人体に害を及ぼすものや環境汚染につながるものが多いことから、その取り扱いが問題である。このため、エタノールや水溶性の新しいバインダ系の開発も行われている。いずれにしても、脱バインダに長時間を要することは生産的には不利であり、このことがMIM製品の許容肉厚を大きく制限している。ちなみに、数年前までは約10mm位の肉厚までが経済的見地からすれば限界とされていたが、最近では脱バインダ技術も進歩して25mm程度の肉厚までは可能となっている。また新しい技術として、発煙硝酸や蔞酸を用いた触媒法¹⁵⁾による脱バインダ時間の短縮化や、一種の水凍結法であるクイックセットプロセス¹⁶⁾（昇華によって脱バインダ）による大型部品の成形も試みられている。焼結は従来のP/M法と同様である。ところで、焼結部品の寸法精度は機械構造用部品の場合、最も厳しく要求される場所であるが、MIM製品の精度としては現在のところ $\pm 0.3 \sim \pm 0.1\%$ まで向上している。これは精密鋳造品やダイキャスト製品の精度に比べると優れているが、全般的にはP/M製品の精度（ $\pm 0.1\%$ ）レベルまでには達していない。二、三の例としては $\pm 0.05\%$ という数字も挙げられており、このレ

ベルまで精度を向上させることができれば、精密切削加工品と拮抗し、MIMのさらなる拡大が期待される。参考までに、本プロセスにより得られる各種鉄系焼結材料の機械的諸特性を他の製造法によるものと比較した一例を表3¹⁷⁾に示す。いずれの鋼種においても、従来のP/M材の特性を上廻るだけでなく溶製材に匹敵する高性能な機械的諸特性が得られており、MIMプロセスが難加工性材料の形状付与に有効であるとともに、材質の改善にも極めて効果的であることがわかる。なお、MIMプロセスの実用化はまだまだ新しいことから、バインダの適正化や仕上がり製品の寸法精度、大型化など技術的に解決しなければならない問題点も数多く残されているが、その将来性は大いに期待できるものである。

4. 新しい焼結技術

焼結とは、粉末から特異な性質を引き出すために高温にて粒子同士を接合することであり、成分系によって固相焼結か液相焼結、あるいは遷移的液相焼結や活性化焼結、反応焼結、自己燃焼合成焼結、超固相線-遷移的液相焼結などがある¹⁸⁾。焼結は一般には雰囲気調節したバッチ式あるいは連続式の電気炉内で行われるが、ここでは最近開発されたプラズマやレーザーを利用した新しい焼結技術について簡単に触れておく。

4-1 プラズマ焼結

プラズマを利用した焼結法を総称して“プラズマ焼結”と呼ぶが、プラズマ焼結には大別すると熱プラズマ焼結¹⁹⁾と放電プラズマ焼結²⁰⁾（SPS法：Spark Plasma Sintering）の2つがある。前者は真空容器中およそ5000～20000℃の連続・定常的な超高温プラズマ熱を利用して無加圧焼結を行うもので、特殊用

表3 製造法の違いによる各種合金鋼の機械的性質¹⁷⁾

鋼種	機械的性質	MIM	P/M	製造法
高速度				
S鋼KH10	抗折力(MPa)	3200	2500	2500
(焼きもどし材)	硬度(HRC)	70	71	67
マルエージング	引張強度(MPa)	1640	1500	1800
18Ni-8Co-5Mo	伸び(%)	2~3	1~2	8
(時効材)	硬度(HRC)	47	35	
マルテンサイト系			SUS410	
ステンレス鋼	引張強度(MPa)	1600	900	1950
SUS440C(17Cr-1C)	伸び(%)	1~2	4	2
(焼きもどし材)	(硬度HRC)	53	30	57
17-4PHステンレス鋼	引張強度(MPa)	1340	970	1370
SUS630	伸び(%)	11	2	14
(時効材)	(硬度HRC)	44	24	45

途に限られるのに対し、後者は瞬間・断続的な火花放電エネルギーを利用して加圧下で焼結を行うもので、新しく開発された比較的操作が容易な焼結法である。

SPS法（図4²⁰）においては、粉末粒子間隙に直接パルス状の電気エネルギーを投入することで、火花放電により瞬時に発生する高温プラズマを利用して、放電衝撃圧力とともにスパッタ作用で粉末表面の吸着ガスの除去や酸化皮膜を破壊することで、容易に焼結を促進させるといわれているが、プラズマが発生しているかどうかは今後の検討課題とされている。また良好な焼結を行うためには、パルス電流の流れを適切に制御する必要があり、抵抗体である型・パ

として、将来発展への期待が高まりつつある。

4-2 レーザー焼結

レーザー焼結には、金属やセラミックス粉末に直接レーザーを照射して焼結する直接法と、レーザーによる有機系バインダの溶融を利用して上記粉末の成形体を作製したのち焼結体を得る間接法がある。前者は、レーザービームの熱エネルギーで金属粒子間に溶融結合部を作る（ネック形成）方法で各種材料を対象に研究²²されているが、レーザー照射の際に雰囲気との反応生成物が生じたり、金属粉末の場合、液化とともに表面張力の働きにより球形化するため

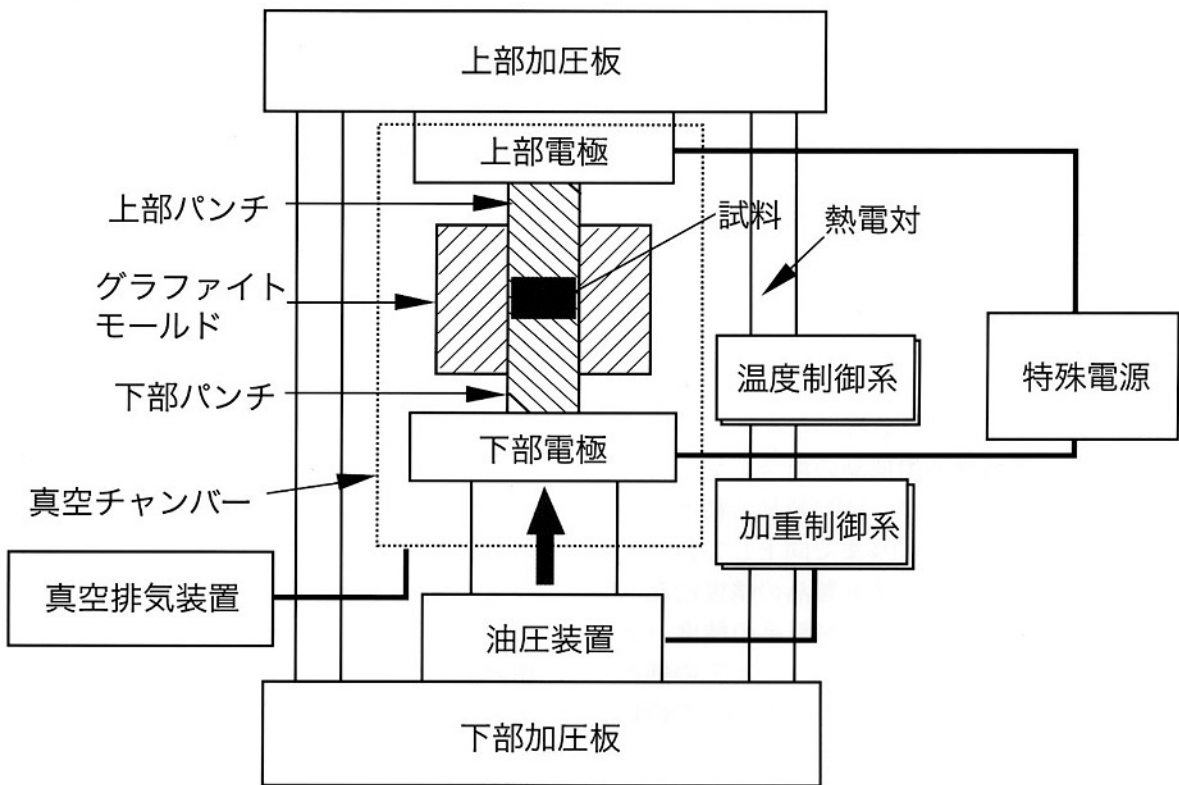


図4 放電プラズマ焼結装置の概略図²⁰⁾

ンチも当然加熱され被焼結材料を保温する役割を果たすが、この保温方法と時間が良好な焼結体を得るための重要因子とされている。いずれにしても、SPS法は従来のホットプレスや抵抗焼結などの通常の通電焼結法と上記の点で異なることから、従来法と比べ低温・短時間で焼結体を得られることを特徴としており、粒成長の制御や難焼結性の粉末の焼結に適しているようである。現在、金属とセラミックスなどの異種材料の接合や傾斜機能材料、あるいはサーメットなどの複合材料の開発に応用研究されており²¹⁾、新しい材料の創製のための有力手段の1つ

に十分な粒子間結合や密度を得難いことが挙げられている。また、先にレーザー照射した部分は速く冷却することから、加熱・冷却の急激な温度変化により生じる残留応力で成形体に割れや変形が起こることなどの技術的検討課題が幾つか残されており、直接法の実用化には今暫く時間がかかりそうである。後者の間接法は、レーザーでバインダを溶融させて粉末粒子を連結することから、比較的低温で成形体を得ることができるが、バインダで形状を保持しているにすぎないため密度や強度が十分でない。このため、脱バインダ後に仮焼結を施し、融点の低い二

次物質で含浸して最終製品を得ている。本法の実用化例としては、選択的レーザー焼結²³⁾ (SLS : Selective Laser Sintering) プロセスがあり、ラピッドプロトタイプ (RP : Rapid Prototyping) システムに応用されている (図5²⁴⁾)。RPシステムとは、3次元CADで設計したモデルから高さ方向に輪切したスライスデータの形状だけにレーザーを照射し樹脂を硬化させ、データ数だけ積み重ねていくことにより実体モデルを造形するものである。SLSプロセスは、ポリマーバインダで被覆した炭素鋼粒子にCO₂レーザーを照射し、バインダを溶かすことで鋼粒子を連結、成形する。脱バインダ後、焼結して約60%の密度とし、その後銅溶浸により約40%の空隙を充填する。本プロセスの用途としては、今のところ短期間での試作金型の製作に応用²⁵⁾されているのみで、今後の材料開発やプロセスの改良により応用範囲の広がりも期待できよう。

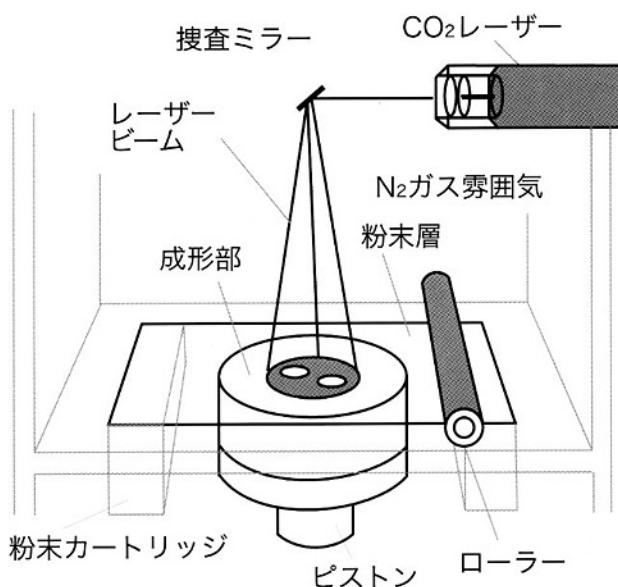


図5 レーザー焼結応用の一例²⁴⁾

5. おわりに

冒頭でも述べたように、P/Mは多くの成分からなる製品をnetshapeで作るための高い生産性を有した技術であるとともに、機能性や物性に富んだ新規の粉末を実用的で特徴のある工業用製品に転換できる技術でもある。ただ、この粉末加工をうまく行うためには、粉末の形状や粒度、組成、組織などの特性とともに固化技術、および合金組成など、数多くの要因の影響を十分に理解しておく必要がある。ここでは、紙数の都合でP/M技術の一部を述べたにすぎないが、粉末の製造やその特性評価、あるいはコンピュータ

を利用した成形や焼結に関する理論展開やシミュレーションについてもかなりの進歩が見られることから、これらをうまく利用することでP/Mは今後さらに大きく展開していくものと期待される。

参考文献

- 1) R.M.German (著), 三浦秀士, 高木研一 (共訳) : 粉末冶金の科学, 内田老鶴圃, (1996).
- 2) W.B.James : Int. J. of Powder Metallurgy, 30, (1994), 157.
- 3) 森岡恭昭 : 粉体および粉末冶金, 40, (1993), 755.
- 4) 木村尚 : 塑性と加工, 34, (1993), 232.
- 5) 河合伸泰 : 粉体および粉末冶金, 41, (1994), 209.
- 6) 浅香一夫 : 粉体および粉末冶金, 42, (1995), 884.
- 7) R.Nies and R.Link : Proceedings of Europe PM'94, European Powder Metallurgy Association, 2, (1994), 1141.
- 8) 鶴英明, 中川威雄 : 素形材, 36, (1995)11, 15.
- 9) 島進 : 粉体および粉末冶金, 42, (1995), 269.
- 10) 宗倉雅章 : 粉体および粉末冶金, 42(1995), 982.
- 11) J.Capus : Metal Powder Report, 49, (1994)7/8, 22.
- 12) 土田勝彦ら : 粉体粉末冶金協会平成8年度秋季大会講演概要集, (1996), 128.
- 13) R.M.German : Powder Injection molding, MPIF, Princeton, NJ, (1990).
- 14) 岡村和夫, 高山武盛 : 油圧と空気圧, 27(1996), 235.
- 15) D.Weinand, M.Bloemocher, 村山宣道 : プラスチック成形技術, 13(1996)5, 19.
- 16) C.Quichand : Proceedings of 1996 PM. World Congress, EPMA, Vol.2, (1996), 1101.
- 17) H.Miura and T.Honda : 粉体および粉末冶金, 43(1996), 829.
- 18) R.M.German : Sintering Theory and Practice, Wiley-Interscience Pub., New York, NY, (1996).
- 19) 木島弼倫 : 工業材料, 34(1986)8, 17.
- 20) 鷺見新一ら : 月刊ニューセラミックス, (1994)7,14.
- 21) 大森守ら : 月刊ニューセラミックス, (1994)7, 4.
- 22) K.P.Wieters, B.Kieback and W.L.噴chan : Advances in Powder Met.& Particulate Materials-1996, MPIF, Princeton, NJ, 4(1996), 15-77.
- 23) D.L.Bourell, H.L.Marcus : Int. J. of Powder Metallurgy, 28(1992), 369.
- 24) DTM Corporation : Proc. The National Conf. on Rapid Prototyping (1990), 5-10.
- 25) 寺島邵一 : 型技術, 12(1997)2, 56.