金属ケイ素の射出成形

金子泰成・佐藤昌利*・斎藤勝義*・田中稔也*

(大光炉材(株)研究開発部)
*京都市工業試験場

(1984年6月27日受付)

Injection Molding of Metallic Silicon

Yasunari KANEKO, Masatoshi SATO*, Katuyoshi SAITOH* and Toshiya TANAKA*

(Research and Development Department, Taiko Refractories Co., Ltd.
1-1, Makiyama-shinmachi, Tobata-ku, Kitakyushu-shi 804
*Kyoto Municipal Institute of Industrial Research)

[Received June 27, 1984]

Key-words: Silicon, Injection molding, EVA-APP-PS, Reaction sintering, Silicon nitride

1. 緒言

金属ケイ素成形体を窒素ガス雰囲気中で反応焼結させたものは、一般に反応焼結窒化ケイ素(RBSN)と呼ばれ種々の用途がある。また射出成形法はセラミックスの成形法として注目を集めており、数多くの研究や特許が報告されている^{1)~6)}。本成形法は、複雑な形状でも寸法精度よく作れ、自動化も可能で均質なものが得られる反面、有機材料の含有量が多いため脱バインダー工程が長いとか、金型設計が難しいなどの問題点がある。

ここでは斎藤ら⁴⁾の特許を金属ケイ素の射出成形法に応用し、比較的容易に反応焼結窒化ケイ素焼結体が得られることが明らかとなったので報告する。

2. 実験方法

金属ケイ素は、山石金属製の平均粒径 $1.8\mu\text{m}$ 、純度98%以上のものを実験に用いた。また射出成形において粉体のかさ密度は重要な因子と考えられるが、本試料のそれは 1.05g/cm^3 である。原料及び有機物の配合値については表1に示す。トーシン製のTD-3-5型熱間混練機を混練槽内の温度は 140°C で使用し、射出成形機は日本製鋼所製のJSW-28 SAを用いた。流動特性については高化式フローテスターを用い、有機物の熱分解挙動については熱天びんを用いて検討した。

3. 実験結果及び考察

原料粉体と有機物の熱間混練特性については、あらかじめラボ・プラストミル(東洋精機製)を用いて評価した。まず有機材料を投入し、所定の温度で10分間混練し、

Table.1. The molding composition.

	wt (%)	vol (%)
Si	79.50	61.0
PS ¹⁾	5.87	10.0
EVA ²⁾	5.25	10.0
APP ³⁾	3.61	7.5
ST ⁴⁾	3.81	8.0
DBP ⁵⁾	1.96	3.5

- 1) Mitsui Toatsu Chemicals Inc. Polystyrene, 500-51.
- 2) Toyo Soda Manufacturing Co., Ltd. EVA-633.
- 3) Chiba Fine Chemicals Co., Ltd. Atactic polypropylene, Vistac L.
- 4) Stearic acid, a reagent.
- 5) Dibutyl Phthalate, a reagent.

その後徐々に金属ケイ素を添加した。最終投入後時間の経過とともにトルクは減少し、30分後にはトルクは 140°C で一定値(50 rpm で $160\text{kg}\cdot\text{cm}$)となり混練が完了する。ラボ・プラストミルの結果をもとに、トーシン製の熱間混練機で射出成形用配合物を調合した。多量の金属ケイ素を一度に投入すると円滑な混練が行えない場合があるので、少量ずつ添加することがよい。混練後の配合物を回転切断機(朋来鉄工所製)に投入して、3mm以下のペレット状にした。このペレット状試料を用いて、本配合の粘性を高化式フローテスターで測定した。測定条件は 140°C で、 $L/D=10/1$ とした(L :ノズルの長さ、 D :ノズルの径、mm)。測定結果を図1に

Fig. 1. Dependence of apparent viscosity on shear rate at 140°C.

Fig. 2. The dimensions of specimen.

示すが、剪断速度と粘性の各々の対数間に比較的良好な直線関係が認められる。この配合では、粉体の割合が 61 vol % と大きく、若干粘性が高いと考えられるが、複雑形状品又は大形品の成形を行う場合には、粉体の配合割合は 57 vol % 程度が適当である。

前述のペレット状配合物を用いて、ノズル温度 137°C、金型温度 40°C、射出圧力 950 kg/cm² の条件で、図 2 に示す 2 種類の成形体を得た。熱天びんを用いて、本配合の空气中及び窒素雰囲気中での熱分解曲線を、毎分 2°C の昇温条件で測定した。その結果を図 3 に示すが、空气中での熱分解曲線は比較的一定の傾きを示しているものの、窒素雰囲気中での同曲線は 380°C から急傾斜になっている。また窒素雰囲気中では、熱分解完了温度も約 20°C ほど空气中に比較して高温側に移行している。

予備実験において、得られた成形体を空气中及び窒素雰囲気中で脱バインダーし、反応焼結させて焼結体密度

Fig. 3. Weight-loss and temperature curves.

や破壊強度を比較したが、両者の差が認められなかった。そこで、空气中で脱バインダーを行った。脱バインダーの条件は、常温から 380°C の間を毎時 4°C で昇温し、380°C で 2 時間保持することである。この条件下での有機物の分解率は 99.5 % であった。したがって脱バインダー後の成形体は強度がほとんどないので、その取り扱いには注意が必要である。

脱バインダー後の成形体を、窒素雰囲気中の電気炉で、毎時 100°C の昇温速度で 1250°C までを、1250~1380°C までを毎時 25°C の昇温速度で昇温し、更に 1380°C で 24 時間保持し反応焼結を促進させた。反応焼結体を粉砕し、X 線回折を行って見たが残留 Si のピークは認められず、 α -Si₃N₄ と少量の β -Si₃N₄ の結晶相が認められた。本焼結体のかさ比重は 2.33 g/cm³ で、酸素-アセチレン炎を直接照射しても破壊することなく良好な熱衝撃性を示した。

謝 辞 実験に当たり種々御教示頂いた、京都工芸繊維大学・奥田 進名誉教授に深く感謝致します。また適切な御助言を頂いた、宇部興産(株)枚方研究所・橘 輝夫、寺田澄夫両氏に感謝します。

文 献

- 1) J. A. Mangels and R. M. Williams, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **62**, 601-06(1983).
- 2) T. J. Whalen and C. F. Johnson, *Ceram. High-Perform. Appl.*, **3**, 293-307(1983).
- 3) E. Lange and N. Müller, *Ceram. High-Perform. Appl.*, **3**, 323-34(1983).
- 4) 斎藤勝義, 田中稔也, 日比野武蔵, 日特公 昭 51-29170.
- 5) 辺見一郎, 森下智弘, 小野拓朗, 日特公 昭 59-1743.
- 6) 内田 清, 杉山雅彦, 西尾賢一, 日特開 昭 57-156365.