

MIM 電極を用いた低コストマイクロピラーアレイ 金型加工技術ならびに成形技術の開発

福岡県工業技術センター 機械電子研究所
研究員 在川 功一

(2020 年度 一般研究開発助成 AF-2020018-B3)

キーワード：金属粉末射出成形 (MIM)、放電加工、マイクロピラーアレイ

1. 研究の目的と背景

マイクロピラーアレイ (MPA) とは、多数の凸形状が狭ピッチで隣接、集合する構造であり、マイクロチップ上で行う「マイクロ化学分析システム」の分離媒体として利用されているほか、近年では超撥水表面の構造体として注目されている。MPA は機能性ゆえ、凸形状が狭ピッチで隣接する必要があり、シリコンや PMMA をはじめとする材料に対してフォトリソグラフィ、エッチングや FIB 等による加工技術を用いて製造されているが、環境整備やコストの増大が課題となっている。

これらの課題を解決すべく本研究では、MIM によって狭ピッチの微細凸形状を有する放電加工用電極を作製し、その電極を用いて SUS 等の金型材に放電加工することにより一度に多数の微細穴を加工する方法およびその金型を用いた成形技術について述べる。MIM とは金属粉末射出成形技術 (Metal Injection Mold) であり、金属粉末とバインダ樹脂を混合したものを金型内に射出成形したものを脱脂・焼結することで比較的複雑な形状を持つ金属部品を製造する技術である¹⁾。MIM は脱脂焼結工程において、バインダ樹脂の昇華や金属粉末どうしの振動や摩擦による接合が発生することで、一定割合の収縮が発生する。これを利用すれば機械加工では困難な微細形状を有する電極を作製することが可能となり、この電極を用いて放電加工を行えば、より微細な形状を有する MPA 成形用金型を得ることができる。ゆえに、この金型を用いる成形品も同様に微細な形状を有するものが成形可能であることから、MPA の高機能化、高精度化も期待できる。さらに、工具摩耗や工具折損による形状精度の低下も防ぐことが可能であり、従来の MPA 製造技術であるフォトリソグラフィやエッチングと比較して加工にかかるコストの大幅な低減も見込める。したがって、MPA を低コストかつ高精度に成形可能な量産化技術を開発することを目的とした。

2. 実験方法

図 1 は本研究で開発する MPA 製造工程の模式図である。このように①MIM 用金型の加工、②銅 (Cu) 粉末を用いた MIM 成形、③MIM 成形体の脱脂焼結による放電加工用電極 (MIM 電極) の作製、④MIM 電極を用いた金型材への放電加工による MPA 成形用金型の作製、⑤金型を用いた樹脂製 MPA の成形という 5 つの工程を経て製造した。

2・1 Cu 粉末を用いた MIM による放電加工用電極の作製

放電加工用の電極として最も活用されている Cu 粉末 (平均粒径 $5\mu\text{m}$) を主原料としたペレットを用いて金型での成形を実施した。MIM 用金型としては NAK80 を使い、 $12\times 8.5\text{mm}$ の範囲内に直径および深さ 0.5mm 、テーパ角 5° の穴を 0.6mm の等間隔で正三角配列に加工したもの (MIM 金型 A) と、直径 0.2mm 、深さ 0.22mm 、テーパ角 5° の穴を 0.24mm の等間隔で正三角配列に加工したもの (MIM 金型 B) を用意し (図 2)、凸形状の直径、高さおよび間隔による撥水性の違いを検証した。また射出成形機には Sodick 製 TR20EHV (図 3) を使用し、表 1 に示す条件で成形を行った。また、射出成形後は真空脱脂焼結炉、島津産機システムズ製 VESTA (図 4) を使用し、成形体の脱脂焼結を行い、MIM 電極を作製した。脱脂時には窒素 (N_2) 減圧雰囲気、焼結時には真空雰囲気、アルゴン (Ar) 大気圧、Ar 加圧雰囲気においてそれぞれ処理を行った。

2・2 MIM 電極による MPA 成形用金型の作製

作製した MIM 電極を治具に取り付け、表 2 に示す条件で放電加工を行い、MPA 成形用金型を得た。放電加工機には三菱電機製 EASPV (図 5) を使用し、金型材はプラスチック成形用金型材として用いられる STAVAX を用いた。

2・3 樹脂製 MPA の成形

放電加工によって得られた MPA 成形用金型を使用して表 3 に示す条件で樹脂製 MPA の成形を実施した。成形機には 2・1 の MIM の射出成形と同じく、Sodick 製 TR20EHV (図 2) を使用し、成形材料には微細形状部での離形性を考慮し、ポリエチレン (PE) を用いた。

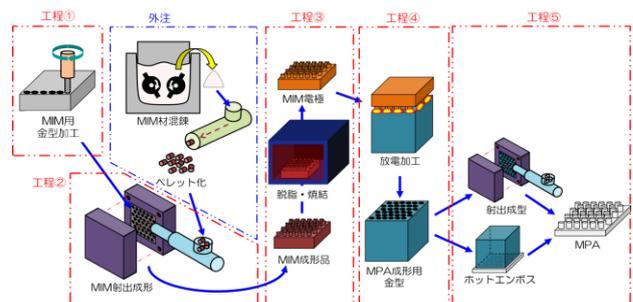


図 1 本研究で開発した MPA 製造工程

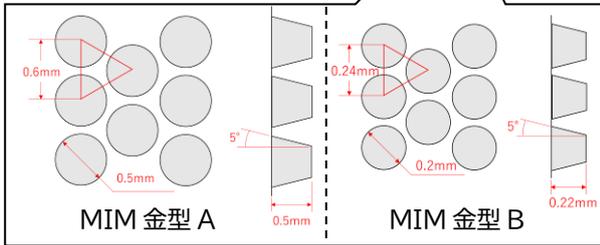
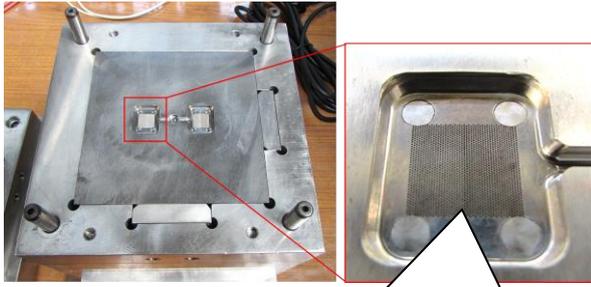


図2 Cu粉末MIM金型



図3 射出成形機



図4 真空脱脂焼結炉



図5 放電加工機

3. 実験成果

3・1 Cu粉末を用いたMIMによる放電加工用電極の作製

Cu粉末ペレットの流動特性を確認するため、流動性試験を実施した。これについては、ペレットを融点以上となる160～190℃まで10℃ごとに温度を変化させ、圧力0.98MPaを加えた際に穴径d=1mm、長さL=1mmの穴から1秒当りに流出した量を流れ値として評価した。その結果を図6に示す。比較対象としてSUS304粉末ペレットの流動性試験を実施したが、いずれの温度条件においてもCu粉末ペレットの流れ値がSUS304を上回っていたことから、

表1 MIM射出成形条件

射出温度[℃]	160, 165, 170, 175
型締め力[ton]	6, 8, 10, 12, 14
射出速度[mm/s]	50, 60, 70
保圧[MPa]	0(なし), 5, 10, 12, 15, 20
保圧時間[s]	0(なし), 1, 2, 3, 5
冷却時間[s]	10, 20, 30, 40, 50, 60
エジェクタ速度[mm/s]	1

表2 放電加工条件

被削材	STAVAX(20×15×40mm, 8.5×10×35mm)
加工電流[A]	1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 8.0
解放電圧[V]	70, 80
放電オン時間[μs]	2.0, 8.8, 22.4
放電オフ時間[μs]	8.0, 24.0, 30.4
コンデンサ[pF]	0, 1000, 4300

表3 MPA射出成形条件

射出温度[℃]	165, 170, 175
型締め力[ton]	6, 8, 10, 12, 14
射出速度[mm/s]	60, 70, 80
保圧[MPa]	0, 5, 10, 12
保圧時間[s]	0, 3, 5
冷却時間[s]	5, 10
エジェクタ速度[mm/s]	5

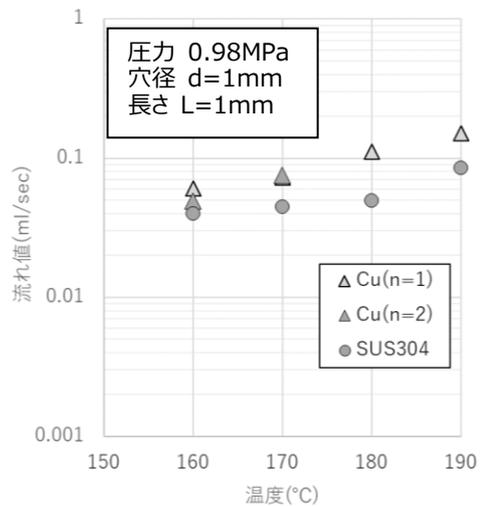


図6 流動性試験

流動性が良く、金型内で比較的流れやすい性質を有することが判明した。

この結果を受けて、MIM 金型 A を用いて射出成形実験を行ったところ、表 3 に示す条件にて良好な成形体 (図 7) が得られることを確認した。比較として射出速度を 40mm/s に設定し、その他の条件は表 3 の通りに設定した際の凸形状部分の顕微鏡写真を図 8 に示すが、外周に近い凸形状部に充填不足が発生しており、良好な形状が得られなかったことから、射出速度が成形上の重要なパラメータであることが考えられる。

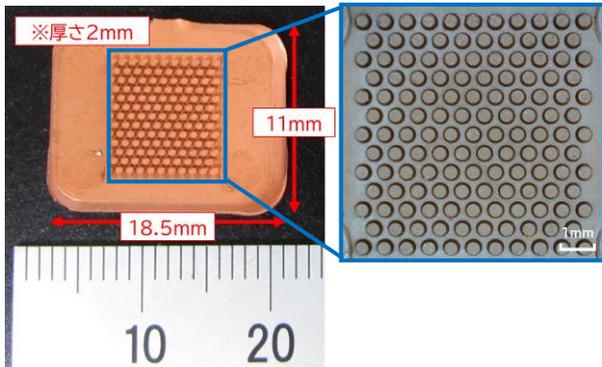
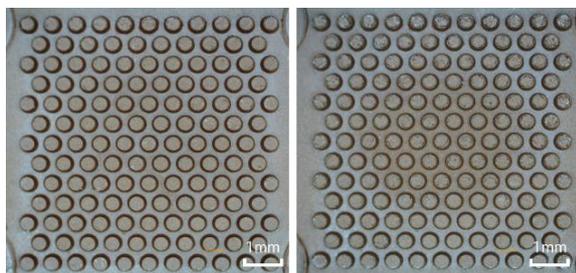


図 7 Cu 粉末 MIM 成形体 (MIM 金型 A)



(a) 60mm/s (b) 40mm/s
図 8 射出速度別の成形状態 (MIM 金型 A)

これらの結果を受け、表 4 の条件にて凸形状の直径、高さおよび間隔が小さい MIM 金型 B について成形実験を実施したところ、同様に良好な成形体 (図 9) が得られた。したがって、本研究で使用した Cu 粉末ペレットについては流動性が非常に高く、0.5mm 以下の小さな形状に対しても問題なく成形が可能であると判断できた。

表 4 良好な成形体を得られた射出成形条件

射出温度 [°C]	165~175
型締め力 [ton]	≥10
射出速度 [mm/s]	≥60
保圧 [MPa]	≥15
保圧時間 [s]	2~3
冷却時間 [s]	30
エジェクタ速度 [mm/s]	1

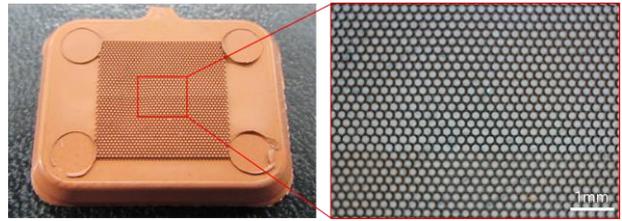


図 9 Cu 粉末 MIM 成形体 (MIM 金型 B)

次に MIM 電極を作製するため、成形体の脱脂焼結を行った。本研究で用いた Cu 粉末ペレットについては、バインダ樹脂やワックスなどの成分が開示されていないことから、TG/DTA 分析を行い、含有されているバインダ樹脂およびワックス成分の熱分解温度を調査した (図 10)。その結果、2 種類の高分子材料の熱分解温度 (237°C、443°C) および 53~165°C にわたって 4 種類のワックスおよび添加剤が確認されたため、この温度を脱脂条件に反映し、図 11 に示す温度パターンと不活性ガス雰囲気 (脱脂時 N₂ 減圧雰囲気、焼結時①高真空雰囲気、②Ar 加圧雰囲気、③Ar 大気圧) で脱脂焼結を行った結果、図 12 に示す割れや膨れのない焼結体を得られた。焼結体の外寸を測定すると、焼結前の長さ 18.5mm、幅 11mm、厚さ 2mm に対し、焼結体は長さ 15.4mm、幅 8.8mm、厚さ 1.6mm となり、20~23% の収縮が認められた。また、凸形状の収縮率も同等であり、金型 A の成形体については焼結前の平均直径 0.5mm、高さ 0.5mm に対して、焼結後は平均直径 0.41mm、高さ 0.40mm となり、金型 B の成形体については焼結前の平均直径 0.2mm、高さ 0.22mm に対して、焼結後は直径 0.15mm、高さ 0.17mm となった。

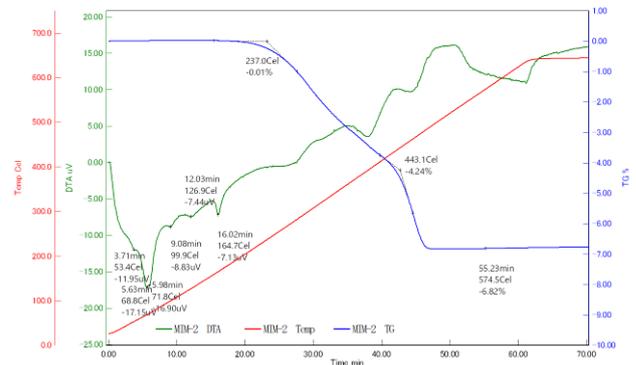


図 10 TG/DTA 分析結果

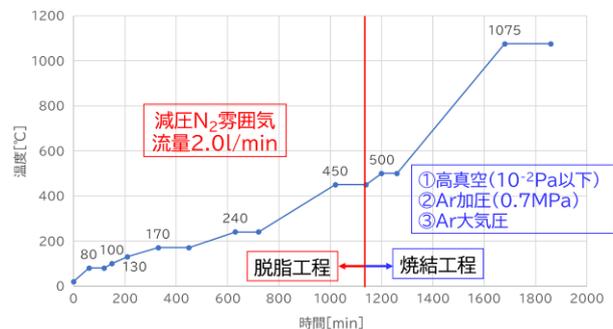
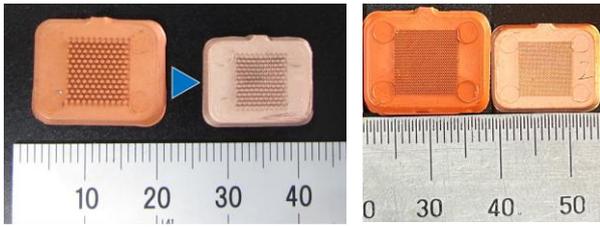


図 11 脱脂焼結温度パターン



(a) 金型 A (b) 金型 B
図 1 2 脱脂焼結前後の成形体

3・2 MIM 電極による MPA 成形用金型の作製

作製した MIM 電極を使用する前に溶製材と MIM 電極の比較を実施すべく、直径 2mm、長さ 50mm の円柱状の電極を脱脂焼結によって作製し、切削加工で削り出した同形状の溶製材を用意して放電加工性能の比較を行った。評価項目としては、同一の加工条件で端面から深さ方向へ 10mm 電極を送った際の電極消耗、加工時間ならびに表面粗さとした。表 4 に各電極を用いて放電加工した際の測定結果、図 1 3 に加工後のワークを半割にしたものをそれぞれ示す。この結果から、加工時間と表面粗さについて、4 本の MIM 電極と溶製材との差はわずかなものであり、放電加工性能は溶製材に匹敵することが分かった。

したがって、作製した MIM 電極は溶製材と同等の性能を有していると判断し、金型材 (STAVAX) への放電加工を行った。金型 A 成形品を焼結した場合の電極中央の断面形状について、雰囲気ごとの測定結果を図 1 4 に示す。測定は非接触三次元測定機、三鷹光器製 NH-3SP で行った。高真空雰囲気においては中央部が大きく凹む傾向、Ar 加圧雰囲気においては全体が反る傾向と、いずれの条件においても、中央部の変形が大きいことに対し、Ar 大気圧雰囲気での焼結では、中央部の変形が最も小さいことを確認した。この電極で放電加工した際の加工後の電極および金型外観写真と中央部と外周部の穴形状を測定した結果を図 1 5 にそれぞれ示す。金型の形状測定については白色干渉式三次元測定機アメテック製 TalySurf CCI-Lite で行った。

表 4 MIM 電極と溶製材電極による放電加工結果

	焼結温度 [°C]	焼結時間 [h]	電極消耗 [g]	加工時間	Ra [μm]	Rz [μm]
①	1070	2	<0.1	67m1s	1.778	12.221
②	1070	3	0.1	52m19s	1.995	13.198
③	1075	2	<0.1	60m10s	1.803	12.287
④	1075	3	<0.1	58m44s	1.956	13.978
溶製材	-	-	<0.1	53m19s	1.669	11.064

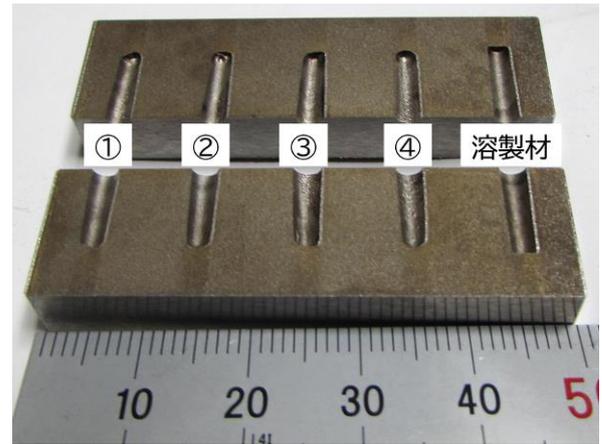
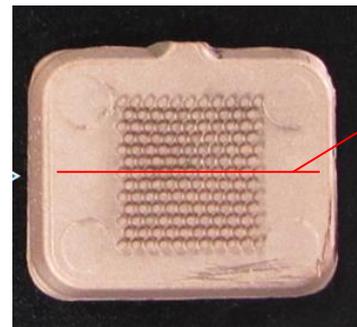
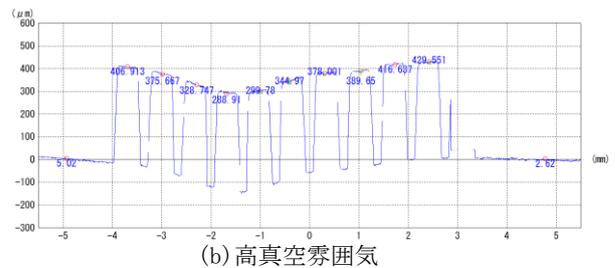


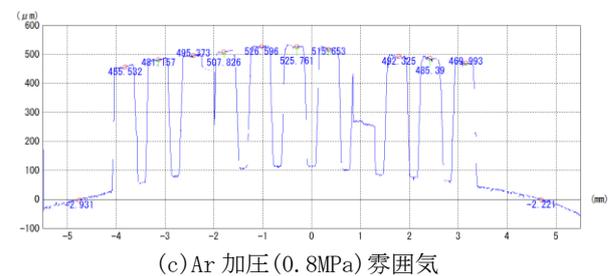
図 1 3 MIM 電極と溶製材電極の放電加工性能比較



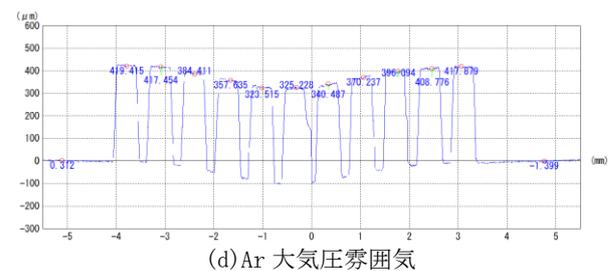
(a) 測定断面の位置



(b) 高真空雰囲気

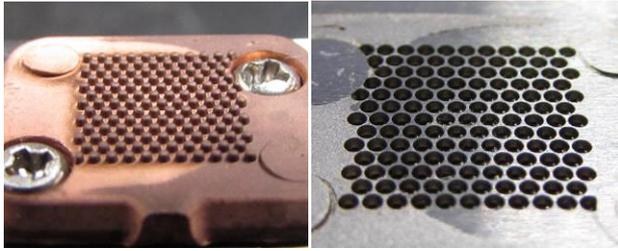


(c) Ar 加圧 (0.8MPa) 雰囲気

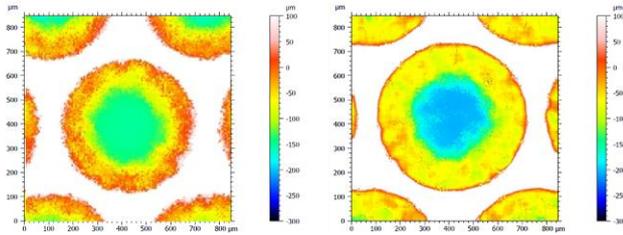


(d) Ar 大気圧雰囲気

図 1 4 焼結雰囲気別の断面形状



(a) 電極 (b) 金型
図 15 放電加工後の外観写真



(a) 中央部 (b) 外周部
図 16 放電加工後の形状

MIM 金型 A で成形し、脱脂焼結した電極およびそれを用いた放電加工の結果を踏まえ、より形状が小さい MIM 金型 B の成形体にて脱脂焼結する際、焼結工程において Ar 大気圧焼結後、Ar 加圧(0.8MPa)工程を加えることで電極形状の変形が抑制できるのではないかと考えた。図 17 に変形抑制を目的として設定した温度パターンを示す。図 11 に示した温度パターンの焼結工程に 30 分の加圧工程を加え、750℃まで 1 時間かけて温度を低下させながら焼結を行うことで、焼結後の変形量抑制を試みた。焼結後の電極で加工した金型入れ子と形状測定した結果を図 18 に示す。電極の変形量が抑制されたことで中央部と外周部の深さの差が小さくなったことが確認された。この金型を用いて MPA の成形を実施することとした。

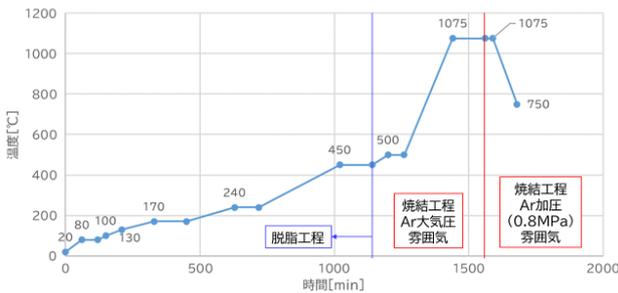
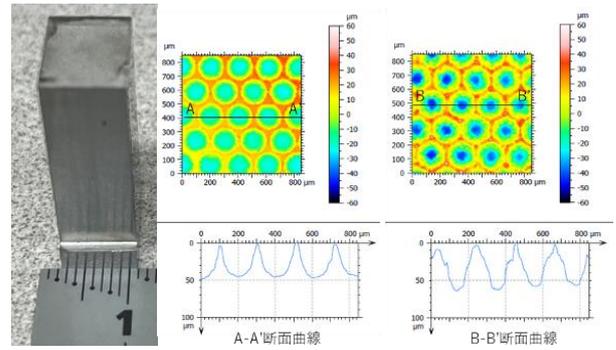


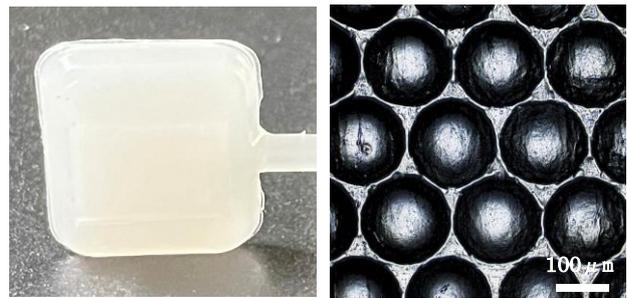
図 17 変形抑制を考慮した温度パターン

3・3 樹脂製 MPA の成形

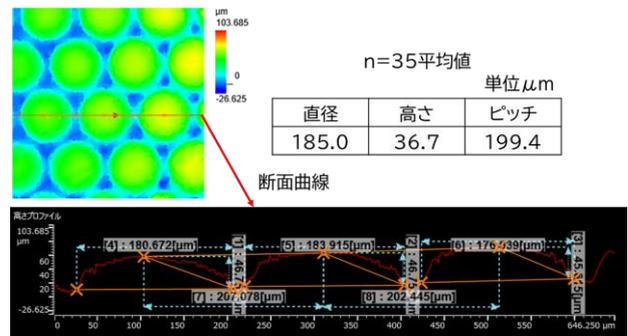
図 19 に成形した PE 樹脂製 MPA の外観と顕微鏡写真を、図 20 に凸形状部の形状測定結果をそれぞれ示す。測定にはレーザー顕微鏡エビデント製 OLS5100-EAT を使用した。測定結果から金型と成形品の形状差は 10 μm 以内に収まっており、多数の凸形状を有する MPA が成形可能であるこ



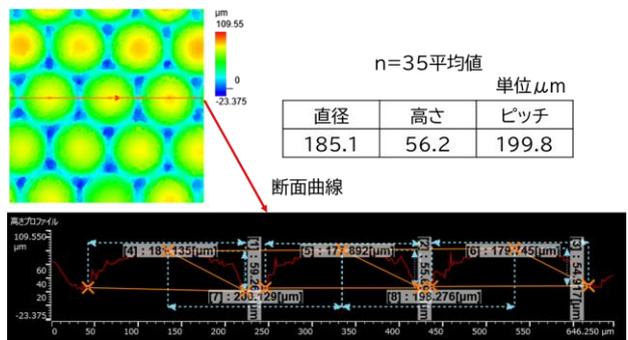
(a) 外観 (b) 中央部形状 (c) 外周部形状
図 18 MIM 金型



(a) 外観写真 (b) 凸形状部顕微鏡写真
図 19 PE 樹脂製 MPA



(a) 中央部

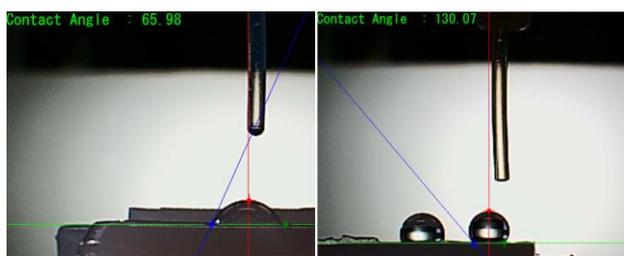


(b) 外周部

図 20 凸形状部測定結果

とが確認された。一方で中央部と外周部の凸形状に関しては高さの差が 20 μm 程度生じており、高さの均一化には金型形状精度の向上、つまりは電極のさらなる反り量抑制について検討が必要と考えている。

この MPA の機能性を確認するため接触角計エキシマ製 SImageAUTO100 を使用して撥水性試験を実施した。図 2 1 に PE 樹脂素材部 (MPA 形状ではない部分) と MPA 形状部における水滴の状態と接触角を示す。PE 樹脂素材部分の接触角 66° に対し、MPA 構造部分は 130° を示しており、素材の約 2 倍となる接触角が得られた。このことから成形後の MPA については十分な撥水性を有していることが確認された。また、中央部と外周部においてそれぞれ接触角を測定し、凸形状のアスペクト比との関係を調査した結果を図 2 2 に示す。アスペクト比と接触角についてはおおよそ比例関係にあることが確認されており、アスペクト比の増大が撥水性の向上につながると考えられる。したがって、MIM 電極の凸形状についてはさらなる小径化と高さの増大が必要である。



(a) 素材部 (b) MPA 形状部
図 2 1 接触角測定

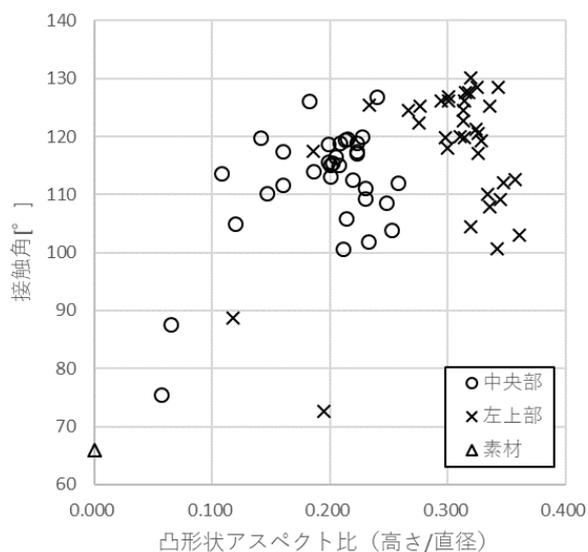


図 2 2 凸形状アスペクト比と接触角の関係

4. まとめ

本研究では MIM で作製した微細な凸形状を有する電極によって金型を加工し、撥水性を有する MPA の成形を行った。以下に結論を示す。

- ① Cu 粉末ペレットを用いた MIM では SUS 等他の材料と比較して流動性が高く、射出速度 60mm/s 以上、保圧 15MPa 以上の条件において良好な形状が得られた。
- ② 脱脂焼結後の MIM 電極については、溶製材と同等の放電加工性能があることが確認できた。
- ③ 脱脂焼結時には電極形状の変形が発生し、高真空雰囲気下では中央部が大きく凹み、Ar 加圧雰囲気では全体的に反る結果となったが、Ar 大気圧雰囲気では最も変形が小さくなる結果となった。
- ④ MIM 金型 B の成形体を脱脂焼結する際に Ar 大気圧雰囲気および加圧雰囲気を用いることにより、変形を抑制可能なことが確認された。
- ⑤ PE 樹脂製 MPA の接触角測定を行った結果、MPA 形状部は素材部の約 2 倍となる接触角を示し、撥水性を有する表面であった。

謝 辞

本研究は公益財団法人天田財団 2020 年度助成事業により実施したものであり、ここに謝意を表す。

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, 内田老鶴園, (1996)