公告本

發明專利說明書

（本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫）

※ 申請案號：95149000

※ 申請日期：95.12.26　　※IPC 分類：B22F 1/02

C22C 33/02

一、發明名稱：（中文/英文）

冶金粉末組合物

METALLURGICAL POWDER COMPOSITION

二、申 請 人：（共 1 人）

姓名或名稱：（中文/英文）

瑞典商好根那公司

HOGANAS AB

代表人：（中文/英文）

艾瑞克 丹尼爾森

DANIELSSON, ALRIK

住居所或營業所地址：（中文/英文）

瑞典好根那市

SE-263 83 HOGANAS, SWEDEN

國　籍：（中文/英文）

瑞典　　SWEDEN

三、發明人：（共 3 人）

姓　名：（中文/英文）

1. 普爾　可納森
   KNUTSSON, PER
2. 希瑪　威達遜
   VIDARSSON, HILMAR
3. 柏-歐羅　拉爾森
   LARSSON, PER-OLOF

國　籍：（中文/英文）

1. 瑞典　　SWEDEN
2. 冰島　　ICELAND
3. 瑞典　　SWEDEN

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項☐第一款或☐第二款規定之事實，其事實發生日期為：　年　月　日。

☑ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號　順序註記】

☑ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1. 瑞典；2005年12月30日；0502933-5

2. 美國；2005年12月30日；60/755,006

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1.

2.

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號　順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料　【格式請依：寄存機構、日期、號碼　順序註記】

國外生物材料　【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼　順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種用於粉末冶金工業之新穎金屬粉末組合物。特定言之，本發明係關於一種鐵基粉末組合物，其包括用於將諸如合金元素之添加劑與鐵基顆粒結合之黏合劑。

【先前技術】

在工業中，使用藉由壓實且燒結鐵基粉末組合物而製造之金屬產品變得日益普遍。對此等金屬產品之品質要求持續提高，且從而發展各種具有改良性質之新穎粉末組合物。最終經燒結產品之一項最重要之性質為必須一致之密度及尺寸公差。在最終產品中關於大小變化之問題經常源自待壓實粉末混合物中之不均勻性。此等問題對於包括在大小、密度及形狀方面不同之粉狀組份之粉末混合物尤其顯著，乃為在輸送、儲存及加工粉末組合物期間發生分離之原因。此分離意味著組合物為非均勻構成，其又意謂由粉末組合物製成之部件乃有差別地構成，且因此具有不同性質。另一問題為精細粒子(尤其諸如石墨之具有較低密度之精細粒子)在粉末混合物加工期間引起粉塵。

添加劑之小粒子尺寸亦引起關於粉末流動性質(亦即粉末表現為自由流動粉末之能力)之問題。降低之流動會造成用粉末填充模具空腔之時間增加，此意即生產力較低且在緻密組件密度方面之變化有增加之風險，其可能在燒結之後導致不可接受之變形。另外，為自模具推頂出該緻密

組件、最小化模具表面之耗損且獲得具有無刮痕之優良表面修整之部件，自模具推頂出該組件所需要之力必須較小。

在解決以上所描述之問題方面，已藉由將不同黏合劑及潤滑劑添加至粉末組合物中來進行嘗試。黏合劑之目的為穩固且有效地將諸如合金組份之添加劑之小尺寸粒子結合於基底金屬之表面且因此降低分離及粉塵之問題。潤滑劑之目的為在粉末組合物壓實期間降低內部及外部摩擦，且尤其降低自模具推頂出最終緻密產品所需要之力。

已研製出各種有機黏合劑，參見例如美國專利第4,483,905(Engstrom)號、第4,676,831(Engstrom)號、第4,834,800(Semel)號、第5,298,055(Semel)號、第5,290,336(Luk)號、第5,368,630(Luk)號。美國專利第5,480,469(Storstrom)號提供黏合劑在粉末冶金工業中之用途之簡短評述。

在最近公開之專利公開案WO 2005/061157中揭示聚乙烯蠟及乙烯雙硬脂醯胺之結合/潤滑組合。在用於壓實之粉末組合物中，聚乙烯蠟係作為鐵或鐵基粒子上之層或塗層存在，且將合金元素粒子及乙烯雙硬脂醯胺粒子結合於鐵或鐵基粒子。較佳組合物亦包括脂肪酸及流動劑。當聚乙烯蠟之平均分子量在500與750之間時，達成用於粉末冶金組合物之AD、流動、結合及潤滑性質之優良組合，其含有包括聚乙烯蠟及乙烯雙硬脂醯胺之結合/潤滑組合。

現已發現，若使用脂肪醇替代聚乙烯蠟，可獲得具有顯

著改良之表觀密度及改良之流動的鐵基組合物。總而言之，已發現與流動劑組合之脂肪醇產生關於表觀密度及流動之令人關注之結果。表觀密度對於工具設計為必不可少的。具有低表觀密度之粉末需要更高填充高度，其導致不必要地高衝壓工具且此又將導致較長之壓實及推頂衝程。如先前所提及，流動對於生產力為重要的。亦已出人意料地發現，當包括作為黏合劑之脂肪醇及流動劑之新穎粉末金屬組合物經壓實時，所獲得之壓坯具有優良重量穩定性(亦即在一組壓坯內之重量散亂度低)。此性質對於製造高效能產品無疑最重要。

已在與潤滑有關之專利文獻美國專利第3,539,472號中提及脂肪醇。尤其此專利教示少量脂肪醇可包括於主要由醯胺或二醯胺組成之潤滑劑中。該專利未涉及結合之混合物。

日本專利申請案04-294 782、公開案第06-145701號亦提及脂肪醇可用作潤滑劑。尤其提及C30醇、C50醇及C60醇。其申請案說明書亦提及高碳脂肪醇作為黏合劑。

【發明內容】

本發明由此涉及一種新穎冶金粉末組合物，其包含鐵或鐵基粉末、至少一種合金用劑及作為黏合劑之脂肪醇。為令人滿意地執行，脂肪醇應為飽和或不飽和之直鏈或支鏈C_{14}-C_{30}脂肪醇(較佳為飽和及直鏈者)。新穎粉末組合物亦應包括流動劑。本發明亦係關於一種製造以上組合物之方法。

【實施方式】

粉末冶金組合物含有以粉末冶金組合物之至少80重量%之量的鐵或鐵基粉末。鐵基粉末可為任何類型之鐵基粉末，諸如水霧化鐵粉末、還原鐵粉末、預合金鐵基粉末或擴散合金鐵基粉末。此等粉末為(例如)鐵粉末ASC100.29，含有Cu、Ni及Mo之擴散合金鐵基粉末Distaloy AB，鐵基粉末Astaloy CrM及用Cr及Mo預合金之Astaloy CrL，所有得自Höganäs AB, Sweden。

鐵或鐵基粉末之粒子通常具有達約500微米之重量平均粒子尺寸；更佳該等粒子應具有在約25-150微米且最佳40-100微米之範圍中之重量平均粒子尺寸。

結合於鐵或鐵基粒子之合金元素之實例可選自由下列各物組成之群：石墨、Cu、Ni、Cr、Mn、Si、V、Mo、P、W、S及Nb。此等添加劑通常為具有比基底鐵粉末小之粒子尺寸之粉末且多數合金元素具有小於約20 μm之粒子尺寸。合金元素在粉末冶金組合物中之量視燒結組件之特定合金元素及所要最終性質而定。通常其可達20重量%。可存在之其他粉狀添加劑為硬質相材料、液相形成材料及可加工性增強劑。

用於結合合金元素及/或視情況之添加劑之脂肪醇較佳為飽和直鏈且含有14至30個碳原子，在於其具有對於用於結合合金元素及/或其他視情況之添加劑之熔融結合技術有利之熔點。脂肪醇較佳選自由十六醇(cetyl alcohol)、十八醇(stearyl alcohol)、二十醇(arachidyl alcohol)、二十二

醇(behenyl alcohol)及二十四醇(lignoceryl alcohol)組成之群，且最佳選自由十八醇、二十醇及二十二醇組成之群。所使用之脂肪醇之量以冶金組合物之重量百分比計，可在0.05與2之間，較佳在0.1與1之間且最佳在0.1與0.8之間。亦可使用脂肪醇之組合作為黏合劑。

為給予新穎粉末組合物令人滿意之流動，添加流動劑。此等流動劑先前自(例如)揭示金屬、金屬氧化物或氧化矽可用作流動劑之美國專利第3,357,818號及美國專利第5,782,954號已知。

當碳黑用作流動劑時，獲得尤其優良之結果。使用碳黑作為流動劑在以引用的方式併入本文中之同在申請中(co-pending)之瑞典(Swedish)專利申請案0401778-6中揭示。已發現碳黑之量應在0.001重量%與0.2重量%之間，較佳在0.01重量%與0.1重量%之間。此外，已發現碳黑之初始粒子尺寸較佳應該在200 nm以下，更佳在100 nm以下且最佳在50 nm以下。根據一較佳實施例，如由BET方法所量測之比表面積應該在150 m^2/g與1000 m^2/g之間。

為增強粉末之可壓縮性且促進壓坯組件之推頂，有機潤滑劑或不同有機潤滑劑之組合可添加至粉末冶金組合物中。潤滑劑可作為自由微粒粉末存在或結合於鐵基粉末表面。

儘管用作黏合劑之脂肪醇亦具有潤滑性質，但使用額外潤滑劑可能適宜。本發明之固體有機潤滑劑之類型不關鍵，但由於金屬有機潤滑劑之劣勢(在燒結期間產生金屬

氧化物之殘餘物)，因此有機潤滑劑較佳不包括金屬。硬脂酸鋅為產生優良流動性質及高AD之通常使用之潤滑劑。然而，除在燒結期間產生氧化鋅殘餘物外，另一缺點為材料可在燒結組件之表面上產生斑點。由此，有機潤滑劑可選自具有潤滑性質之多種有機物質。此等物質之實例為脂肪酸、蠟、聚合物或其衍生物及混合物。較佳潤滑劑為一級醯胺，諸如硬脂醯胺(stearic amide)、二十烷醯胺(arachidic amide)及二十二烷醯胺(behenic amide)；二級醯胺，諸如硬脂醯基硬脂醯胺(stearylstearic amide)；及雙醯胺，諸如乙烯雙硬脂醯胺。

關於量，已發現脂肪醇之量以混合黏合劑、流動劑及潤滑劑重量之重量計，應為10%至90%。黏合劑、流動劑及視情況潤滑劑之總量以粉末冶金組合物之重量計，可自0.1%至2%變化。

本發明進一步由以下非限制性實例說明。

實例1

根據表1，製備不同鐵基粉末冶金混合物。可使用得自Höganäs AB, Sweden之作為鐵基粉末之水霧化鐵粉末ASC100.29。除根據表1之黏合劑、潤滑劑及流動劑外，添加得自Makin Metal Powder Ltd.，為總鐵基混合物之2重量%之銅粉100 篩號(mesh)及為總鐵基混合物之0.8重量%之石墨UF4(得自Graphit Kropfmühl AG, Germany)。

可自Clariant (Germany)獲得作為Licowax™之乙烯雙硬脂醯胺(EBS)且可自Degussa AG(Germany)獲得作為Aerosil

之二氧化矽。二十二醇、十八醇及十六醇可得自Sasol Germany GmbH且碳黑可得自Degussa AG。

在混合物A-C&H-I中，使用為總鐵基粉末混合物之0.6重量%之潤滑劑(以下稱為"C18-C22一級醯胺")，其基本上由具有18、20及22個碳原子之鏈長之工業級直鏈飽和一級醯胺組成，由此含有硬脂醯胺(約40%)、二十烷醯胺(約40%)及二十二烷醯胺(約20%)。使用在混合物D-F中，0.6%之乙烯雙硬脂醯胺(EBS)及在混合物G中，0.8%之乙烯雙硬脂醯胺(EBS)作為潤滑劑。在混合物A-E&H-J中，使用為總鐵基粉末混合物之0.2重量%之脂肪醇(在H中，使用兩種脂肪醇之混合物)且在混合物F中，使用為總鐵基粉末混合物之0.2重量%之具有655之分子量的聚乙烯蠟(根據WO 2005/061157之黏合劑)。

該等組份在混合物A-F&H-J中充分混合且在混合期間，溫度升至黏合劑熔點以上，對於混合物A-E&H-J為75℃且用於混合物F為105℃。在隨後之冷卻期間，混合物之較精細粒子藉由固化黏合劑結合於鐵基粉末之較大粒子表面。在使用流動劑之情況下，其在混合物冷卻期間，在黏合劑凝固之後添加。在不進行任何加熱之情況下，摻合混合物G之組份，因為此混合物未結合。

表1.製備鐵基粉末冶金混合物

混合物	黏合劑	潤滑劑	流動劑	
A	二十二醇	C18-C22一級醯胺	-	比較實例
B	二十二醇	C18-C22一級醯胺	二氧化矽	根據本發明之實例
C	二十二醇	C18-C22一級醯胺	碳黑	根據本發明之實例
D	二十二醇	EBS	-	比較實例

E	二十二醇	EBS	碳黑	根據本發明之實例
F	PE 655	EBS	二氧化矽	比較實例
G(預混合物)	-	EBS	-	比較實例
H	硬脂醯基及二十二醇(25%/75%)之混合物	C18-C22一級醯胺	碳黑	根據本發明之實例
I	十六醇	C18-C22一級醯胺	碳黑	根據本發明之實例
J	十六醇	硬脂酸鋅	碳黑	根據本發明之實例

霍爾(Hall)流動速率根據ISO 4490量測且表觀密度根據ISO 3923量測。

表2.鐵基粉末冶金混合物之流動速率及表觀密度

混合物	霍爾流速[秒/50公克]	表觀密度(AD)[g/cm^3]
A	29.0	3.16
B	23.2	3.22
C	23.8	3.32
D	29.6	3.08
E	27.1	3.20
F	25.5	3.06
G(預混合物)	33.0	3.03
H	24,1	3,27
I	24,2	3,25
J	23,7	3,26

表2展示當使用根據本發明之鐵基粉末組合物時，除優良流動速率外，獲得AD之實質增加。

對於混合物C、D、G、H、I及J，亦藉由記錄為將緻密樣品自模具推頂出所需要之每包圍區域之總能量及每包圍區域之峰值推頂力而量測潤滑性質。該等組份為具有55 mm之外徑、45 mm之內徑及15 mm之高度的環形，且所施加之壓實壓力為400 MPa、500 MPa、600 MPa及800 MPa。

表3.峰值推頂力及推頂能量

混合物	峰值推頂力[N/mm^2]				推頂能量[J/cm^2]			
	400 MPa	500 MPa	600 MPa	800 MPa	400 MPa	500 MPa	600 MPa	800 MPa
C	24.3	29.3	31.7	35.2	26.4	32.9	37.0	41.5
D	25.0	29.5	32.3	38.0	30.3	37.9	43.5	49.4
G	22.7	28.3	32.3	36.7	32.3	40.3	46.6	52.2
H	22.4	28.9	31.8	35.0	26.0	33.2	36.5	41.1
I	17.7	21.5	24.5	28.0	28.2	34.1	37.8	38.9
J	20.6	25.7	30.1	36.0	34.8	43.4	48.0	51.6

表3展示當所使用之組合物含有十六醇(16個C)或二十二醇(22個C)或十八醇(18個C)與二十二醇之混合物及醯胺混合物(一級脂肪醯胺)作為潤滑/結合組合用於製造緻密組件時，為推頂出該組件所需要之總能量大體上降低。

實例2

當自混合物C、F及G製造組件時，亦記錄在製造執行期間，組件之間的重量穩定性，亦即重量散佈。具有25 mm之外徑、19 mm之內徑及15 mm之高度的環形組件係在連續製造執行中，在600 MPa之壓實壓力下及在三種不同壓實速率(每分鐘10、15及20個衝程)下經壓實。自每一混合物及在每一生產速率下，製造250個組件。(對於混合物G，由於工具之不完全填充，不可達成高於10衝程/分鐘之生產速率)。

圖1展示在用於混合物C、F及G之每一壓實速率下所獲得之重量穩定性，其表示為組件重量之標準差。如可自圖1所見，當自根據本發明之混合物(混合物C)製造組件時，與由根據WO 2005/061157之混合物(混合物F)製造組件相比及與由含有通常使用之潤滑劑乙烯雙硬脂醯胺之非結合預混合物(混合物G)製造組件相比，達成重量穩定性之實

質改良。此在較高壓實速率下尤其顯著。

【圖式簡單說明】

圖1為顯示當使用根據本發明之粉末冶金組合物時，與習知粉末冶金組合物相比，在不同生產速率下，在重量散佈方面之差異的圖表。

五、中文發明摘要：

本發明係關於一種用於製備緻密部件之冶金組合物，其包含：(a)至少約80重量百分比之鐵或鐵基粉末；(b)達約20重量百分比之至少一種合金粉末；(c)約0.05至約2重量百分比之包含C_{14}-C_{30}脂肪醇之黏合劑；及(d)約0.001至約0.2重量百分比之流動劑。

六、英文發明摘要：

十一、圖式：

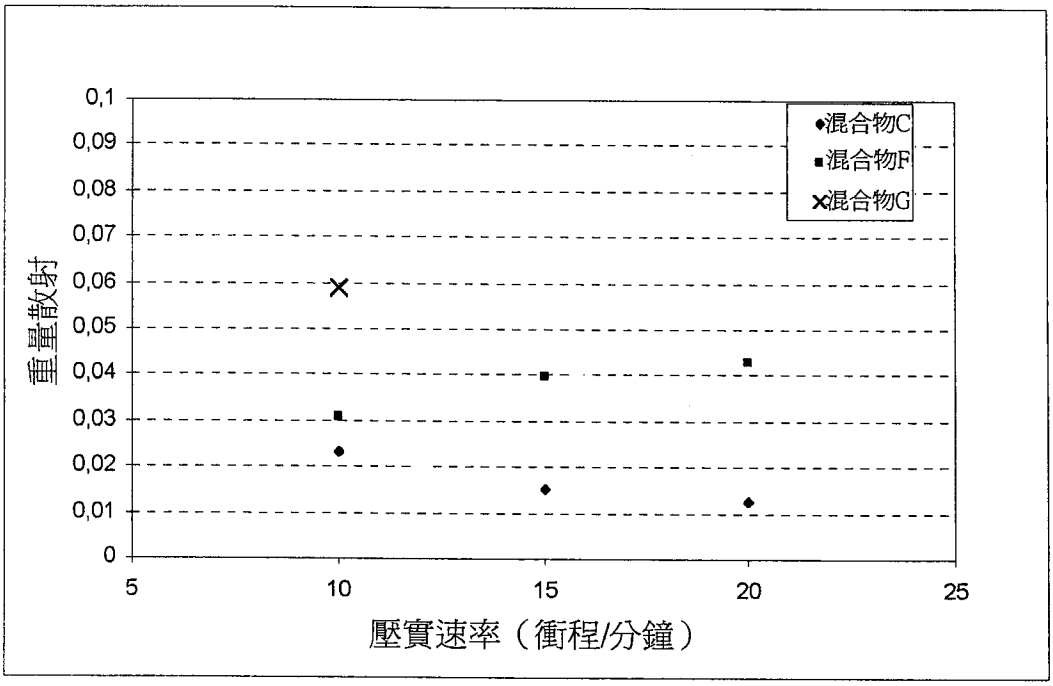
0,1
0,09
0,08
0,07
0,06
0,05
0,04
0,03
0,02
0,01
0
重量散射
5
10
15
20
25
壓實速率（衝程/分鐘）
混合物C
混合物F
混合物G

圖1

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第（ 1 ）圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

(無元件符號說明)

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)

98年4月13日修(更)正替換頁

十、申請專利範圍：

1. 一種用於製備緻密部件之冶金粉末組合物，其包含：

(a)至少約80重量百分比之鐵或鐵基粉末；

(b)達約20重量百分比之至少一種合金粉末；

(c)約0.05至約2重量百分比之黏合劑，其包含飽和或不飽和、直鏈或支鏈C_{14}-C_{30}脂肪醇；及

(d)約0.001至約0.2重量百分比之流動劑。

2. 如請求項1之冶金粉末組合物，其中該脂肪醇為飽和且為直鏈。

3. 如請求項1之冶金粉末組合物，其中該脂肪醇係選自由十六醇(cetyl alcohol)、十八醇(stearyl alcohol)、二十醇(arachidyl alcohol)、二十二醇(behenyl alcohol)及二十四醇(lignoceryl alcohol)組成之群。

4. 如請求項1之冶金粉末組合物，其中該脂肪醇係選自由十八醇、二十醇及二十二醇組成之群。

5. 如請求項1之冶金粉末組合物，其中該流動劑係選自由碳黑及二氧化矽組成之群。

6. 如請求項1之冶金粉末組合物，其中該流動劑為碳黑。

7. 如請求項6之冶金粉末組合物，其中該碳黑之粒子尺寸較佳為在200 nm以下，更佳在100 nm以下且最佳在50 nm以下。

8. 如請求項1之冶金粉末組合物，其進一步包含有機不含金屬之粉狀潤滑劑。

9. 如請求項8之冶金粉末組合物，其中該有機不含金屬之

98年4月8日修(更)正替換頁

粉狀潤滑劑係選自由硬脂醯胺(stearic amide)、二十烷醯胺(arachidic amide)、二十二烷醯胺(behenic amide)、硬脂醯基硬脂醯胺(stearylstearic amide)及乙烯雙硬脂醯胺組成之群。

10. 如請求項8之冶金粉末組合物，其中該有機不含金屬之粉狀潤滑劑為二十二烷醯胺。

11. 一種製造用於製備緻密部件之冶金粉末組合物之方法，其包含：

提供以下組份：至少80重量%之鐵或鐵基粉末、達20重量%之至少一種合金粉末、0.05重量%至2重量%之包含C_{14}-C_{30}脂肪醇之黏合劑及0.001重量%至0.2重量%之流動劑；

在該黏合劑之熔點以上之一溫度下，混合以上組份；及

冷卻該混合物。