

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2012-111987

(P2012-111987A)

(43) 公開日 平成24年6月14日(2012.6.14)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
B 2 2 F 1/02 (2006.01)	B 2 2 F 1/02 B	4 K O 1 8
B 2 2 F 1/00 (2006.01)	B 2 2 F 1/00 S	
B 2 2 F 3/02 (2006.01)	B 2 2 F 3/02 M	

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2010-260127 (P2010-260127)	(71) 出願人	000001199
(22) 出願日	平成22年11月22日 (2010.11.22)		株式会社神戸製鋼所
			兵庫県神戸市中央区脇浜町二丁目10番26号
		(74) 代理人	100075409
			弁理士 植木 久一
		(74) 代理人	100129757
			弁理士 植木 久彦
		(74) 代理人	100115082
			弁理士 菅河 忠志
		(74) 代理人	100125243
			弁理士 伊藤 浩彰
		(72) 発明者	鈴木 浩則
			兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号
			株式会社神戸製鋼所高砂製作所内
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粉末冶金用混合粉末及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】本発明は、黒鉛の偏析を防止できるとともに、流れ性と潤滑性の良好な粉末冶金用混合粉末及びその製造方法を提供することを目的とする。

【解決手段】本発明の製造方法は、所定の有機溶剤に対する所定温度における有機系潤滑剤の溶解度を1としたとき、同溶剤、同温度における溶解度が2以上となる有機系バインダーを選択し、前記有機系潤滑剤及び有機系バインダーを鉄粉と共に前記所定の有機溶剤と混合して、前記有機系潤滑剤及び有機系バインダーが前記有機溶剤に溶解した鉄粉スラリーを調製し、この鉄粉スラリーから前記有機溶剤を蒸発させ、有機系潤滑剤、有機系バインダーをこの順に析出させることを特徴とする。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

所定の有機溶剤に対する所定温度における有機系潤滑剤の溶解度を 1 としたとき、同溶剤、同温度における溶解度が 2 以上となる有機系バインダーを選択し、

前記有機系潤滑剤及び有機系バインダーを鉄粉と共に前記所定の有機溶剤と混合して、前記有機系潤滑剤及び有機系バインダーが前記有機溶剤に溶解した鉄粉スラリーを調製し、

この鉄粉スラリーから前記有機溶剤を蒸発させ、有機系潤滑剤、有機系バインダーをこの順に析出させることを特徴とする粉末冶金用混合粉末の製造方法。

【請求項 2】

10

有機系バインダーと有機系潤滑剤の溶解度の比（前者／後者）を a としたとき、

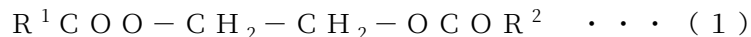
有機系バインダーの量は、有機系潤滑剤 100 質量部に対して、 $100 \times a$ よりも少ない請求項 1 に記載の製造方法。

【請求項 3】

前記有機溶剤は芳香族炭化水素系有機溶剤であると共に、

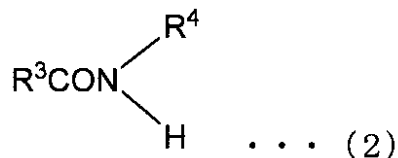
前記有機系バインダーは、下記式（1）で表される脂肪酸エステルであり、且つ、

前記有機系潤滑剤は、下記式（2）で表される脂肪酸アミドである請求項 1 または 2 に記載の製造方法。



【化 1】

20



（但し、式中、 R^1 、 R^2 は、同一または異なる脂肪族炭化水素基を意味し、 R^3 は脂肪族炭化水素基を示し、 R^4 は水素原子または炭化水素基を示す。）

【請求項 4】

前記鉄粉スラリーは、さらに高分子系帯電防止剤を含有する請求項 1～3 のいずれかに記載の製造方法。

30

【請求項 5】

前記高分子系帯電防止剤は、スチレン 5～95 質量部、ブタジエン及び／又はイソプレレン 95～5 質量部をモノマー成分とするスチレン系合成ゴム共重合体またはその水素化物である請求項 4 に記載の製造方法。

【請求項 6】

前記有機系潤滑剤が、ヘキサデカン酸アミド、（N-オクタデセニル）ヘキサデカン酸アミドまたは（N-オクタデシル）ドコセン酸アミドである請求項 1～5 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 7】

請求項 1～6 のいずれかに記載の製造方法によって得られる粉末冶金用混合粉末。

40

【請求項 8】

鉄粉が有機系潤滑剤及び有機系バインダーで被覆されていることを特徴とする粉末冶金用混合粉末。

【請求項 9】

鉄粉の被覆層において、内側の方が外側よりも有機系潤滑剤の割合が高い請求項 8 に記載の粉末冶金用混合粉末。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、鉄基粉末を成形、焼結して焼結体を製造する粉末冶金技術に関し、特に黒鉛

50

の偏析と発塵を抑え、かつ混合粉末の流れ性と潤滑性を併せ持った粉末冶金用混合粉末に関するものである。

【背景技術】

【0002】

鉄粉や銅粉を主原料として用いて焼結体を製造する粉末冶金においては、通常、前記主原料の粉末と、焼結体の物性を向上させるための副原料粉末（黒鉛粉末、合金成分など）と、潤滑剤などを含む混合粉末を用いる。特に、焼結体の機械的物性（強度や硬度など）を向上させるために、黒鉛などの炭素供給成分（炭素源）を添加して、成形し、続いて加熱焼結工程の間に、炭素源を鉄粉に拡散、浸炭させることが一般的である。

【0003】

しかし、黒鉛は鉄粉に比べて比重が小さく、かつ粒径が小さいため、単に混合するだけでは、黒鉛と鉄粉が大きく分離して黒鉛が偏析し、均一に混合できないという問題がある。粉末冶金法では、焼結体を量産するため、通常、混合粉末を予め貯蔵ホッパーに貯蔵しておく。貯蔵ホッパーでは、比重の小さな黒鉛はホッパーの上層部に偏析しやすく、混合粉末をホッパーから排出する際、ホッパー排出の最後の方で黒鉛の濃度が高くなる。そのため焼結体にも炭素濃度の高い部分が形成され、そこにセメント組織が析出して機械的特性が低下する。黒鉛の偏析によって焼結体中のカーボンの含有量にバラツキを生じると、品質の安定した部品を製造することが困難となる。また、混合工程や成形工程において、偏析した黒鉛粉が発塵し、職場環境の悪化及び混合粉末のハンドリング性の低下という問題が生じる。上記した偏析は、黒鉛のみならず、鉄粉と混合されるその他の様々な粉末でも同様に生じ、偏析の防止が求められていた。

【0004】

上記した偏析と発塵を防止するため、従来から大別して3つの方法が提案されてきた。第一の方法は、トール油などの液体添加剤を混合粉末に添加する方法である（例えば、特許文献1、2）。この方法は、簡便な設備で混合粉末を製造できるという利点はあるものの、偏析防止効果が認められるのに必要な量の液体添加剤を添加すると、鉄粉粒子間に液架橋力が働き、極端に流れ性が悪化するという問題がある。第二の方法は、高分子ポリマーなどの固体バインダーを溶剤に溶解して均一混合した後、溶剤を蒸発させて鉄粉の表面に黒鉛を付着させる方法である（特許文献3、4など）。この方法は、黒鉛を確実に付着させることができるとともに、使用する潤滑剤の選択肢も広いという利点を有するが、その量や種類によっては混合粉末の流れ性が不十分である場合がある。第三の方法は、脂肪酸などの比較的低分子量の潤滑剤を鉄粉との混合中に加熱して溶融させることを特徴とした、いわゆるホットメルト法である（例えば、特許文献5）。溶融させた潤滑剤を均一に鉄粉表面に固着させるため、混合中の温度管理は非常に重要であり、また使用できる潤滑剤の選択肢が制限されるという欠点がある。

【0005】

黒鉛の偏析と発塵を防止するには、鉄粉と黒鉛の間の付着力を高めることが要求されるが、近年ではその他の特性も要求され、その種類や程度もますます高度化している。その要求特性の一つとして、粉末の流れ性が挙げられる。粉末冶金法において、混合粉末を貯蔵ホッパーから排出する際、または金型に混合粉末を充填する際に、混合粉末の流れ性が重要な特性の一つとなる。すなわち、混合粉末の流れ性が悪いとホッパーの排出口上部でブリッジングを起こして排出不良となったり、ホッパーからシューボックスまででホースが閉塞するなどの問題が生じる。また、流れ性の悪い混合粉末は、ホースから強制的に流れ出したとしても、金型、特に薄肉部分に充填されず、健全な成形体が作製できないこともある。

【0006】

混合粉末の流れ性は、使用する金属粉末の粒径や形状、物性改善剤の種類、添加量、粒径、形状などによっても影響されるが、最も影響を受けるのは、粉末状の潤滑剤の添加量と混合粉末に添加される潤滑剤の種類であると考えられている。

【0007】

10

20

30

40

50

粉末状の潤滑剤の添加量は、通常 0.1 質量% をピークにして、添加するほど流れ性が悪くなるため、流れ性を確保する観点からは潤滑剤の添加量を下げるのが好ましい。しかし、潤滑剤の添加量を下げると、当然のことながら潤滑性が著しく低下し、成形体を金型から抜出す際に、成形体と金型面との摩擦係数が増加し、型かじりや金型の損傷の原因となる。従って、潤滑性と流れ性を両立させることは困難であった。

【0008】

また、潤滑剤の種類や融点の面から考えても流れ性と潤滑性の両立は困難である。すなわち、一般に融点の低いステアリン酸やステアリン酸アミドなどは潤滑性には優れているものの、これら低融点の潤滑剤は凝集が生じて流れ性が悪くなる場合がある。特に、環境温度が高いときに、その不具合は顕著に現れる。一方、融点の高い金属石鹸やエチレンビスアミドなどは、環境温度を高くしても良好な流れ性を維持できる反面、潤滑性は前記した低融点のステアリン酸アミド等に比べると劣っている。

10

【0009】

このように潤滑剤の添加量や種類から考えて、潤滑性と流れ性を両立した混合粉末を実現することは長年の課題であった。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0010】

【特許文献1】特開昭60-502158号公報

【特許文献2】特開平6-49503号公報

20

【特許文献3】特開平5-86403号公報

【特許文献4】特開平7-173503号公報

【特許文献5】特開平1-219101号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

そこで、本発明は、流れ性と潤滑性の良好な粉末冶金用混合粉末及びその製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0012】

30

上記課題を解決した本発明の製造方法は、所定の有機溶剤に対する所定温度における有機系潤滑剤の溶解度を1としたとき、同溶剤、同温度における溶解度が2以上となる有機系バインダーを選択し、前記有機系潤滑剤及び有機系バインダーを鉄粉と共に前記所定の有機溶剤と混合して、前記有機系潤滑剤及び有機系バインダーが前記有機溶剤に溶解した鉄粉スラリーを調製し、この鉄粉スラリーから前記有機溶剤を蒸発させ、有機系潤滑剤、有機系バインダーをこの順に析出させることを特徴とする。

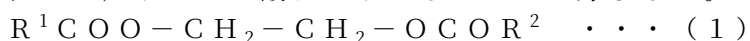
【0013】

本発明の製造方法において、有機系バインダーと有機系潤滑剤の溶解度の比（前者／後者）をaとしたとき、有機系バインダーの量は、有機系潤滑剤100質量部に対して、 $100 \times a$ よりも少ないことが好ましい。

40

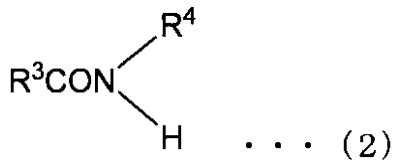
【0014】

前記有機溶剤は芳香族炭化水素系有機溶剤であるとともに、前記有機系バインダーは、下記構造式(1)で表される脂肪酸エステルであり、且つ、前記有機系潤滑剤は、下記構造式(2)で表される脂肪酸アミドであることも好ましい。さらに前記脂肪酸アミドは、ヘキサデカン酸アミド、(N-オクタデセニル)ヘキサデカン酸アミドまたは(N-オクタデシル)ドコセン酸アミドであることが好ましい。



【0015】

【化 1】



(但し、式中、 R^1 、 R^2 は、同一または異なる脂肪族炭化水素基を意味し、 R^3 は脂肪族炭化水素基を示し、 R^4 は水素原子または炭化水素基を示す。)

【0016】

また、前記鉄粉スラリーは、さらに高分子系帯電防止剤を含有することが好ましく、前記高分子系帯電防止剤は、スチレン5～95質量部、ブタジエン及び／又はイソプレン95～5質量部をモノマー成分とするスチレン系合成ゴム共重合体もしくはその水素化物であることがより好ましい。

10

【0017】

本発明は、上記製造方法によって得られる粉末冶金用混合粉末を包含する。また、鉄粉が有機系潤滑剤及び有機系バインダーで被覆されていることを特徴とする粉末冶金用混合粉末も本発明に含まれる。前記鉄粉の被覆層において、内側の方が外側よりも有機系潤滑剤の割合が高いことが好ましい。

【発明の効果】

【0018】

本発明の製造方法によれば、鉄粉が有機系潤滑剤及び有機系バインダーで被覆されている粉末冶金用混合粉末を得ることができ、この粉末冶金用混合粉末は流れ性と潤滑性を両立することができる。さらに、本発明の製造方法において黒鉛を用いる場合は、黒鉛の偏析を防止することができる。

20

【図面の簡単な説明】

【0019】

【図1】図1は、トルエンに対するヘキサデカン酸アミドとエチレングリコールのステアリン酸ジエステルの溶解度を表すグラフである。

【図2】図2は、後記する実施例における実験の手順を示すフロー図である。

【図3】図3は、後記する実施例において用いた黒鉛飛散率測定用器具の断面図である。

30

【発明を実施するための形態】

【0020】

本発明の製造方法では、(i) 有機系潤滑剤と有機系バインダーの両方を鉄粉と混合すること、及び(ii) 有機系バインダーと有機系潤滑剤の選択に際して、所定の有機溶剤に対して両者の溶解度が大きく異なり、かつ有機系バインダーの溶解度の方が大きくなるように両者を選択する点に大きな特徴を有している。このようにすることによって、鉄粉に有機系潤滑剤と有機系バインダーの両方を被覆することができ、潤滑性と流れ性の両方の特性を付与できる。また、本発明で用いる有機系潤滑剤及び有機系バインダーは、いずれも潤滑性と流れ性の両特性を有しているが、通常、溶解度の高い有機物の方が流れ性の改善効果が優れており、本発明では、溶解度の高い、すなわち流れ性の良い有機系バインダーを後で析出させているため、混合粉末の流れ性を最大にできる。また、本発明の粉末冶金用混合粉末が、黒鉛などの炭素源を含んでいる場合、本発明の有機系バインダーと有機系潤滑剤はいずれもバインダーとしての機能を有しているため、これらの存在によって黒鉛の偏析も防止できる。なお、潤滑性とは、混合粉末を金型で成形して成形体を製造し、該成形体を金型から抜き出す際の摩擦の大きさを意味するものであり、例えば後記する実施例で示す抜き出し圧力によって評価できる。また、流れ性とは、混合粉末の動きやすさを意味するものであり、例えば後記する実施例で示す流動度や限界流出径によって評価することができる。

40

【0021】

有機系潤滑剤と有機系バインダーは、以下のように選択される。すなわち、用いる有機

50

溶剤に応じて、所定温度における有機系潤滑剤の溶解度を1としたとき、有機系バインダーの同温度における溶解度が2以上となるような組み合わせが選択される。

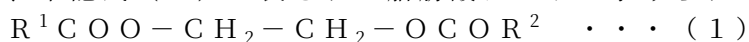
【0022】

有機溶剤は、アルコール系、エステル系、エーテル系、アミド系、ケトン系、芳香族炭化水素系、脂肪族炭化水素系などに分類できる。アルコール系有機溶剤としては、例えば、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノールが挙げられる。エステル系有機溶剤としては、例えば酢酸エチル、酢酸ブチルが例示できる。エーテル系有機溶剤としては、例えば、ジメチルエーテル、メチルエチルエーテル、テトラヒドロフラン、エチレングリコールジメチルエーテルが挙げられる。アミド系有機溶剤は、例えば、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、アセトアニリドなどである。ケトン系有機溶剤には、例えば、アセトン、メチルエチルケトンなどが含まれる。芳香族炭化水素系有機溶剤としては、例えば、ベンゼン、トルエン、キシレンが挙げられ、脂肪族炭化水素系有機溶剤としては、例えば、ヘキサン、ヘプタンが挙げられる。好ましい有機溶剤は芳香族炭化水素系有機溶剤であり、より好ましくはトルエンである。

10

【0023】

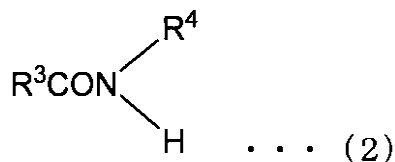
本発明では、上記したような有機溶剤の種類に応じて、上記した溶解度の関係を満たすような有機系潤滑剤と有機系バインダーを選択する。好ましい有機系バインダーとしては、下記式(1)で表される脂肪酸エステルが挙げられ、好ましい前記有機系潤滑剤としては、下記式(2)で表される脂肪酸アミドが挙げられる。



20

【0024】

【化2】



(但し、式中、 R^1 、 R^2 は、同一または異なる脂肪族炭化水素基を意味し、 R^3 は脂肪族炭化水素基を示し、 R^4 は水素原子または炭化水素基を示す。)

【0025】

上記式(1)で表される脂肪酸エステルは、形式的にはエチレングリコールと各種脂肪酸をエステル化することによって得られるものとみなすことができるが、他の方法で製造されたものであっても良い。 R^1 、 R^2 としては、飽和炭化水素基(アルキル基)、不飽和炭化水素基(アルケニル基、アルキニル基)が挙げられる。不飽和炭化水素基における不飽和結合の数は一つでも良く、複数(例えば2~6程度、好ましくは2~3程度)でもよい。 R^1 、 R^2 はいずれも、好ましくはアルキル基であり、より好ましくは炭素数が12以上のアルキル基である。炭素数が11以下であると、上記式(1)で表される脂肪酸エステル(ジエステル)が液体状や半固体(グリース状)になり、流動性が低下する。

30

【0026】

R^1 、 R^2 としては、例えばトリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基、ノナデシル基、イコシル基、ドコシル基、テトラコシル基、ヘキサコシル基、オクタコシル基、トリアコンチル基等の飽和炭化水素基や、オクタデシリデン基、イコシリデン基の不飽和炭化水素基が挙げられる。 R^1 、 R^2 は、好ましくはいずれもオクタデシル基であり、すなわち R^1 、 R^2 により構成される脂肪酸がいずれもステアリン酸であることが好ましい。

40

【0027】

上記式(2)で表される脂肪酸アミドは、形式的には R^3COOH と R^4NH_2 との脱水生成物とみなすことができるが、他の方法で製造されたものであっても良い。 R^3 としては、 R^1 、 R^2 と同様に飽和炭化水素基(アルキル基)、不飽和炭化水素基(アルケニル基、アルキニル基)が挙げられ、不飽和炭化水素基における不飽和結合の数は一つでも良く

50

、複数（例えば2～6程度、好ましくは2～3程度）でもよい。好ましくはアルキル基、アルケニル基である。炭化水素基は、直鎖状であるのが望ましいが、直鎖（主鎖）を構成する炭素原子に一つまたは複数の低級アルキル基（例えば炭素数1～6、特に炭素数1～3程度アルキル基）が置換していても良い。炭化水素基の炭素数は、好ましくは8以上、24以下である。低級アルキル基が置換している場合、主鎖の炭素数は、例えば5以上、26以下である。 R^4 としては、 R^3 と同様の範囲から選択することができ、さらに水素原子であってもよい。 R^4 は、好ましくはアルキル基、アルケニル基または水素原子である。

【0028】

R^3 がアルキル基である場合、例えばオクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基、ノナデシル基、イコシル基、ヘンイコシル基、ドコシル基、トリコシル基、テトラコシル基などが挙げられる。好ましくはヘキサデシル基であり、 R^3 により構成される脂肪酸としてはヘキサデカン酸が挙げられる。

10

【0029】

R^3 がアルケニル基のとき、例えばオクチリデン基、ノニリデン基、デシリデン基、ウンデシリデン基、ドデシリデン基、トリデシリデン基、テトラデシリデン基、ペンタデシリデン基、ヘキサデシリデン基、ヘプタデシリデン基、オクタデシリデン基、ノナデシリデン基、イコシリデン基、ドコシリデン基、テトラコシリデン基などが挙げられる。好ましくはドコシリデン基であり、 R^3 により構成される脂肪酸としては、ドコセン酸が挙げられる。

20

【0030】

R^4 がアルキル基のとき、 R^3 と同様のものが挙げられる。 R^4 は好ましくはオクタデシル基であり、 R^4 により構成されるアミンとしてはオクタデシルアミンが挙げられる。 R^4 がアルケニル基のときも、 R^3 と同様のものが挙げられる。 R^4 は好ましくはオクタデシリデン基であり、 R^4 により構成されるアミンとしてはオクタデセニルアミンである。

【0031】

上記式（2）で表される好ましい脂肪酸アミドは、例えば、ヘキサデカン酸アミド、（N-オクタデセニル）ヘキサデカン酸アミド、（N-オクタデシル）ドコセン酸アミドである。

30

【0032】

上述した要領で選択された前記有機系潤滑剤及び有機系バインダーは、鉄粉と共に前記所定の有機溶剤と混合して、鉄粉スラリーを調製する。この鉄粉スラリーでは、前記有機系潤滑剤及び有機系バインダーはいずれも前記有機溶剤に溶解している。その後、この鉄粉スラリーから前記有機溶剤を蒸発させる。このようにすることによって、溶解度の低い有機系潤滑剤の方が先に鉄粉表面に析出し、その後有機系バインダーが析出することとなる。所定の有機溶剤に対する所定温度における、有機系バインダーと有機系潤滑剤の溶解度の比（前者／後者）は、5以上であることが好ましく、より好ましくは8以上（さらに好ましくは10以上）である。前記溶解度の比の上限は特に限定されないが、例えば20以下である。

40

【0033】

鉄粉スラリーの調製に際して、有機系潤滑剤、有機系バインダー、鉄粉及び有機溶剤の混合順序は特に限定されず、例えば鉄粉を混合機に投入して攪拌しつつ、有機系潤滑剤と有機系バインダーを溶解させた有機溶剤を、前記鉄粉に滴下または噴霧によって添加すれば良い。

【0034】

有機溶剤を蒸発させる方法は特に限定されず、乾燥気体を流す方法や鉄粉スラリーを加熱する方法が挙げられ、鉄粉スラリーを加熱する方法が好ましい。またその際の圧力も特に限定されず、大気圧下、または減圧下とすることができ、好ましくは真空度650 mmHg以下の減圧下である。有機溶剤を蒸発させる際、例えば鉄粉スラリーを40～80℃

50

に加熱すれば良く、乾燥後の有機溶剤の量は、乾燥前の有機溶剤の量に対して0.1%以下であることが好ましい。

【0035】

有機系潤滑剤、有機系バインダーをこの順に析出させるためには、さらにこれらの添加量を調整することが好ましい。詳細には、有機系バインダーと有機系潤滑剤の溶解度の比（前者／後者）をaとしたとき、有機系バインダーの量は、有機系潤滑剤100質量部に対して、 $100 \times a$ よりも少ないことが好ましく、より好ましくは $75 \times a$ 以下であり、さらに好ましくは $50 \times a$ 以下である。例えば、所定の有機溶剤に対する所定温度における、有機系バインダーと有機系潤滑剤の溶解度の比（前者／後者）が8以上である場合、有機系バインダーの量は、有機系潤滑剤100質量部に対して25～400質量部とすることができ、より好ましくは65～225質量部、さらに好ましくは80～130質量部である。

10

【0036】

また、有機系潤滑剤と有機系バインダーの合計量は、黒鉛量や後述する他の粉末の量に応じて決定されるが、鉄粉100質量部に対して0.3～2.0質量部であることが好ましい。有機系潤滑剤と有機系バインダーの合計量が0.3質量部未満であると、流れ性改善の効果が十分に発揮されず、一方、2.0質量部を超えると圧縮性（成形体密度）の点で悪影響を及ぼす。

【0037】

上記したように鉄粉に有機系潤滑剤や有機系バインダーを被覆すると、粉末同士の摩擦などによって粉末に静電気を帯びる場合がある。静電気は時間の経過によって除電されるが、流れ性に影響を及ぼすことから、帯電しない方が好ましい。帯電抑制の方法としては、イオナイザーなどの除電装置を取り付ける方法、界面活性剤や高分子系帯電防止剤を添加する方法が挙げられ、特に高分子系帯電防止剤を添加する方法が好ましい。高分子系帯電防止剤を用いることによって、粉末の帯電を抑制することができ、流れ性の低下を防止することができる。高分子系帯電防止剤は、例えば特許第289461号公報に開示されるようなスチレン系合成ゴムまたはその水素化物を用いることができる。その重量平均分子量は、例えば1万以上であり、好ましくは5万～20万である。帯電防止剤の添加量は、鉄粉100質量部に対して、例えば0.01～3質量部であり、好ましくは0.03～1質量部である。帯電防止剤の添加量が0.01質量部未満であると、帯電防止効果が十分に得られず、一方、3質量部を超えると、圧縮性（成形体密度）の点で悪影響が出る可能性がある。

20

30

【0038】

粉末冶金用混合粉末は、必要に応じて、黒鉛などの炭素源、合金化用粉末等を含んでも良い。合金化用粉末としては、例えば、銅、ニッケル、クロム、モリブデン、リン、硫黄の少なくとも1種を含有する粉末が挙げられ、具体的には、銅粉、ニッケル粉、クロム粉、モリブデン粉、リン合金粉、硫黄含有粉などである。炭素源の含有量は、鉄粉100質量部に対して例えば0.5～3質量部である。合金化用粉末は単独で用いても良いし、2種以上を併用しても良く、その含有量は、鉄粉100質量部に対して例えば1～5質量部であり、より好ましくは1.5～3質量部である。

40

【0039】

本発明の製造方法において、上記した黒鉛、さらに、帯電防止剤、合金化用粉末を添加する場合、例えば上記した鉄粉スラリーの調製の際に、鉄粉と共にこれらの材料を混合機に添加して攪拌し、そこに有機系潤滑剤及び有機系バインダーの溶解した有機溶剤を添加する方法が挙げられる。

【0040】

なお、本発明における鉄粉とは、純鉄粉、鉄合金粉のいずれであっても良い。鉄合金粉は、鉄基粉末の表面に合金粉（例えば、銅、ニッケル、クロム、モリブデンなど）が拡散付着した部分合金粉であっても良いし、合金成分を含有する溶融鉄（または溶鋼）から得られるプレアロイ粉であっても良い。鉄基粉末は、通常、溶融した鉄または鋼をアトマイ

50

ズ処理することによって製造される。また、鉄基粉末は、鉄鉱石やミルスケールを還元して製造する還元鉄粉であっても良い。

【0041】

本発明の製造方法によって得られる粉末冶金用混合粉末は、鉄粉表面に有機系潤滑剤と有機系バインダーが順に析出しており、優れた潤滑性を有するが、更なる潤滑性の向上を狙って、さらに金属石鹼（例えば、ステアリン酸亜鉛など）、ワックス（例えばエチレンビスアミド）、ポリヒドロキシカルボン酸アミド（例えば、WO 2005/068588に開示）などの粉末潤滑剤を併用することもできる。これら粉末潤滑剤は、上記鉄粉スラリーから有機溶剤を蒸発させた後に添加することができる。

【0042】

本発明の混合粉末は、機械構造用焼結部品などに適用でき、特に複雑な薄肉形状の部品に好適であり、焼結体密度も良好であることから、軽量化、高強度化が可能である。

【実施例】

【0043】

以下、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明する。本発明は以下の実施例によって制限を受けるものではなく、前記、後記の趣旨に適合し得る範囲で適当に変更を加えて実施することも勿論可能であり、それらはいずれも本発明の技術的範囲に包含される。

【0044】

実施例 1

有機溶剤としてトルエンを用い、所定温度における溶解度が2倍以上異なる有機系潤滑剤と有機系バインダーを調べた。その結果、有機系潤滑剤としてヘキサデカン酸アミドを選択し、有機系バインダーとしてエチレングリコールのステアリン酸ジエステルを選択すれば、およそ10～60℃の範囲で、エチレングリコールのステアリン酸ジエステルの溶解度が、エチレングリコールのステアリン酸ジエステルの溶解度の約10倍になることが分かった。図1に10～60℃の範囲での、トルエンに対するヘキサデカン酸アミドとエチレングリコールのステアリン酸ジエステルの溶解度のグラフを示す。なお、図1における「脂肪酸エステル」はエチレングリコールのステアリン酸ジエステルを意味し、「脂肪酸アミド」はヘキサデカン酸アミドを意味する。

【0045】

鉄粉（神戸製鋼所製、アトメル300M、粒径：180μm以下）と、銅粉末（福田金属箔粉工業株式会社製、CE-15）及び黒鉛粉末（日本黒鉛工業株式会社製、JCPB）を羽付きミキサーに投入して高速攪拌しながら、二種類（実験No. 1）または三種類（実験No. 2及び3）の有機化合物を溶解させたトルエン溶液を滴下もしくは噴霧し、約5分間強攪拌した。その後、緩やかな攪拌に切り替えて、減圧条件下で、前記ミキサーのジャケットに60℃の温水を循環させながら、およそ10分間保持し、溶媒を乾燥除去した。混合の手順を図2に示す。前記二種類の有機化合物とは、ヘキサデカン酸アミド（日本精化株式会社製、PNT）、エチレングリコールのステアリン酸ジエステル（日本精化株式会社製、EGDS）であり、三種類の有機化合物を用いる場合は、前記二種類の有機化合物に加えてさらに帯電防止剤として、スチレン35質量部、ブタジエン65質量部であるスチレンブタジエン共重合体（JSR株式会社製、TR2001C、分子量10万）を用いた。銅粉末、黒鉛粉末の添加量は、鉄粉100質量部に対して、それぞれ2質量部、0.8質量部である。

【0046】

また、比較のため、トルエン溶液に溶解させる有機化合物をスチレンブタジエン共重合体のみにした例（実験No. 4）、及びエチレングリコールのステアリン酸ジエステルのみにした例（実験No. 5）も実験した。鉄粉100質量部に対する各材料の添加量は、表1に示す通りである。

【0047】

実験No. 1～5について、有機溶剤を乾燥させた後、表1に記載の潤滑剤を粉末で混合し（羽付きミキサーで2分間高速攪拌しながら混合）、粉体特性の測定用試料とし、以

10

20

30

40

50

下の方法で諸特性を測定した。

【0048】

【表1】

実験No.	有機系バインダー	有機系潤滑剤	帯電防止剤	有機溶剤	潤滑剤粉末
1	エチレングリコールの ステアリン酸ジエステル 0.2質量部	ヘキサデカン酸アミド 0.2質量部	-	トルエン 2質量部	エチレンビ スアミド 0.4質量部
2	エチレングリコールの ステアリン酸ジエステル 0.2質量部	ヘキサデカン酸アミド 0.2質量部	スチレンブタジエン 共重合体 0.05質量部	トルエン 2質量部	エチレンビ スアミド 0.4質量部
3	エチレングリコールの ステアリン酸ジエステル 0.2質量部	ヘキサデカン酸アミド 0.2質量部	スチレンブタジエン 共重合体 0.05質量部	トルエン 2質量部	ポリヒドロキ シカルボン 酸アミド 0.4質量部
4	スチレンブタジエン 共重合体 0.1質量部	-	-	トルエン 2質量部	エチレンビ スアミド 0.8質量部
5	エチレングリコールの ステアリン酸ジエステル 0.2質量部	-	-	トルエン 2質量部	エチレンビ スアミド 0.8質量部

※各材料の添加量は、鉄粉100質量部に対する割合で示す。

【0049】

(1) 黒鉛飛散率の測定

図3に示すように、下方が漏斗状のガラス管2（内径：16mm、高さ106mm）に、ニュークリポアフィルタ1（網目は12μm）をセットし、その上に試料粉末P25gを入れ、ガラス管2の下方よりN₂ガスを0.8リットル／分の速度で20分間流し、下記式（3）によって黒鉛飛散率を求めた。

$$\text{黒鉛飛散率（\%）} = (1 - \text{N}_2\text{ガス流通後炭素量} / \text{N}_2\text{ガス流通前炭素量}) \times 100 \quad \dots (3)$$

【0050】

(2) 見掛密度の測定

JIS Z 2504（金属粉－見掛密度試験方法）に従って、試料粉末の見掛密度（g

10

20

30

40

50

／ cm^3)を測定した。

【0051】

(3) 流れ性の測定

JIS Z 2502 (金属粉の流動度試験法)に従って、混合粉末の流動度(秒／50 g)を測定した。すなわち、50 gの混合粉末が $\phi 2.63 \text{ mm}$ のオリフィスを通り流れるまでの時間(秒)を測定し、この時間(秒)を混合粉末の流動度とした。

【0052】

また、内径11.4 mm、高さ150 mmの円筒状であって、底に排出径を変えることのできる排出孔を備えた容器に、該排出孔を閉じた状態で2 kgの試料粉末を充填し、10分間保持した。その後、排出孔を除々に開き、試料粉末を排出できる最少径を測定し、この最少径を限界流出径とした。

流動度(秒)が小さいほど、そして限界流出径が小さいほど流れ性に優れていることを意味する。

【0053】

(4) 成形体密度の測定

試料粉末を、常温下(25℃)、圧力490.3 MPa(5 T／ cm^2)でプレスし、 $\phi 2.5 \text{ mm}$ 、高さ15 mmの円柱状成形体を作成し、JSPM標準1-64(金属粉の圧縮試験法)に従って、成形体密度(g/cm^3)を測定した。

【0054】

(5) 抜き出し圧力の測定

前記成形体密度の測定の際に得られた成形体を金型から抜き出すのに必要な荷重を、金型と成形体との接触面積で除することによって、抜き出し圧力(MPa)を求めた。抜き出し圧力が小さいほど潤滑性に優れていることを意味する。

【0055】

結果を表2に示す。

【0056】

【表2】

実験No.	黒鉛飛散率 (%)	見掛け密度 (g/cm^3)	流動度 (秒)	限界流出径 (mm)	成形体密度 (g/cm^3)	抜き出し 圧力 (MPa)
1	0	3.25	25.2	12.5	6.98	8.8
2	1	3.23	24.8	12.5	6.98	8.9
3	0	3.33	24.1	10.0	6.99	7.9
4	0	3.12	29.8	30.0	6.97	10.2
5	5	3.15	31.3	25.0	6.97	10.8

【0057】

実験No. 1～3はいずれも、実験No. 4、5に比べて、流動度及び限界流出径が小さく、抜き出し圧力も小さかった。すなわち実験No. 1～3はいずれも流れ性と潤滑性に優れていることが分かった。

【0058】

実施例2

有機系潤滑剤、有機系バインダーを表3に示す配合量とし、実施例1と同様にして試料粉末の特性を測定した。結果を表4に示す。

【0059】

【表 3】

実験No.	有機系バインダー	有機系潤滑剤	帯電防止剤	有機溶剤	潤滑剤粉末
6	エチレングリコールの ステアリン酸ジエステル 0.2質量部	ヘキサデカン酸アミド 0.2質量部	スチレンブタジエン 共重合体 0.05質量部	トルエン 2質量部	エチレンビス アミド 0.4質量部
7	エチレングリコールの ステアリン酸ジエステル 0.1質量部	ヘキサデカン酸アミド 0.3質量部	スチレンブタジエン 共重合体 0.05質量部	トルエン 2質量部	ポリヒドロキシ カルボン酸 アミド 0.4質量部
8	エチレングリコールの ステアリン酸ジエステル 0.3質量部	ヘキサデカン酸アミド 0.1質量部	スチレンブタジエン 共重合体 0.05質量部	トルエン 2質量部	ポリヒドロキシ カルボン酸 アミド 0.4質量部

※各材料の添加量は、鉄粉100質量部に対する割合で示す。

【0060】

【表 4】

実験No.	黒鉛飛散率 (%)	見掛け密度 (g/cm ³)	流動度 (秒)	限界流出径 (mm)	成形体密度 (g/cm ³)	抜き出し 圧力 (MPa)
6	1	3.23	24.8	12.5	6.98	8.9
7	2	3.30	26.1	15.0	6.98	6.8
8	0	3.22	23.2	10.0	6.98	9.6

【0061】

表4より、実験No. 6～8のいずれも良好な流れ性と潤滑性を示しているが、脂肪酸アミドの量が脂肪酸エステルの量よりも多い場合（実験No. 7）は、潤滑性が良好（す

10

20

30

40

50

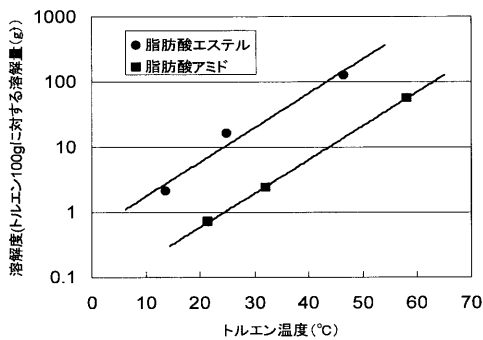
なわち抜き出し圧力が小さい)であり、逆に脂肪酸エステルの方が脂肪酸アミドの量よりも多い場合(実験No. 8)は流れ性が良好(すなわち流動度及び限界流出径がいずれも小さい)であることが分かる。従って要求される特性に応じて、両者の配合量を適宜調整することが好ましく、有機系バインダーと有機系潤滑剤の効果を両立させるためには、これらをほぼ同量用いることが好ましい。

【符号の説明】

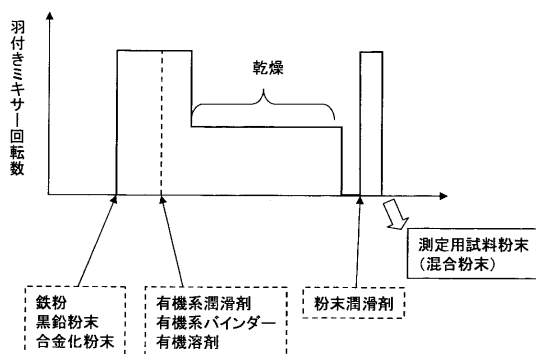
【0062】

- 1 ニュークリポアフィルタ
- 2 ガラス管

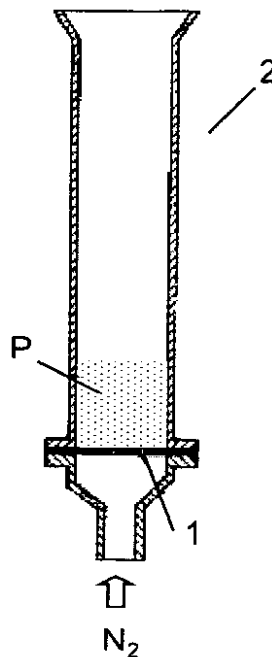
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 有馬 慎弥

兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号 株式会社神戸製鋼所高砂製作所内

Fターム(参考) 4K018 BA13 BC12 BC29 CA08