



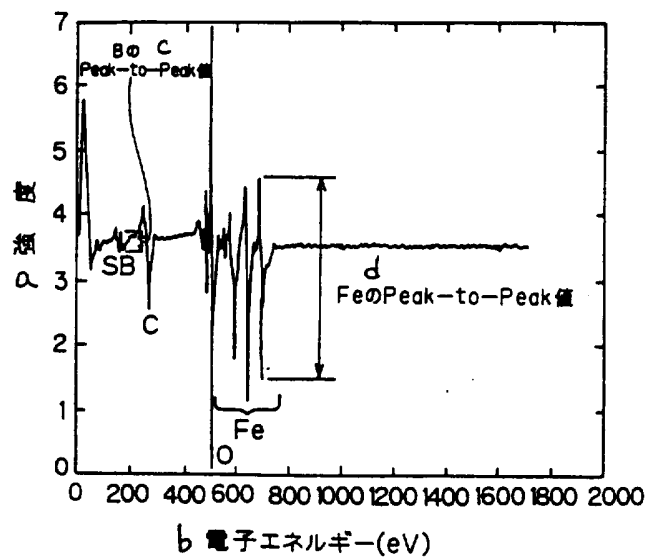
<p>(51) 国際特許分類6 B22F 1/00, 9/08, C22C 33/02, 38/00</p>	<p>A1</p>	<p>(11) 国際公開番号 WO97/14523</p> <p>(43) 国際公開日 1997年4月24日(24.04.97)</p>
<p>(21) 国際出願番号 PCT/JP96/03007</p> <p>(22) 国際出願日 1996年10月17日(17.10.96)</p> <p>(30) 優先権データ 特願平7/270275 1995年10月18日(18.10.95) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 川崎製鉄株式会社(KAWASAKI STEEL CORPORATION)[JP/JP] 〒651 兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号 Hyogo, (JP) 三菱マテリアル株式会社 (MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION)[JP/JP] 〒100 東京都千代田区大手町一丁目5番1号 Tokyo, (JP)</p> <p>(72) 発明者：および</p> <p>(75) 発明者／出願人 (米国についてのみ) 上ノ 菌聡(UENOSONO, Satoshi)[JP/JP] 小倉邦明(OGURA, Kuniaki)[JP/JP] 〒260 千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社 技術研究所内 Chiba, (JP) 楊 積彬(YANG, Ji-bin)[JP/JP] 〒950 新潟県新潟市小金町3-10 三菱マテリアル株式会社 新潟製作所内 Niigata, (JP)</p>	<p>(74) 代理人 弁理士 小杉佳男, 外(KOSUGI, Yoshio et al.) 〒105 東京都港区西新橋3丁目3番3号 ペリカンビル4階 Tokyo, (JP)</p> <p>(81) 指定国 JP, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p>	

(54)Title: IRON POWDER FOR POWDER METALLURGY, PROCESS FOR PRODUCING THE SAME, AND IRON-BASE POWDER MIXTURE FOR POWDER METALLURGY

(54)発明の名称 粉末冶金用鉄粉、その製造方法及び粉末冶金用鉄基混合粉

(57) Abstract

Iron powder and iron-base powder mixture for powder metallurgy, which can provide sinters excellent in machinability and wear resistance. The iron powder contains 0.03-0.3 wt.% boron, at most 0.07 wt.% chromium, less than 0.3 wt.% manganese, and the balance consisting of iron and unavoidable impurities, and has an intensity ratio of boron to iron of at least 0.05 in the spectrum of the powder surface as determined by Auger electron spectroscopy. The powder serves to increase the amount of graphite remaining in sinters to thereby improve the machinability and wear resistance thereof. Another iron powder is prepared by adding sulfur, selenium, tellurium, molybdenum or the like to the above powder. These powders are mixed with MoO₃ or WO₃ powder to develop a so-called iron-base powder mixture. It is produced by water-atomizing the above powders while adjusting the oxygen content of molten steel to 100 ppm or below.



- a ... Intensity
- b ... Electron energy (eV)
- c ... Peak-to-peak value of B
- d ... Peak-to-peak value of Fe

(57) 要約

切削性及び耐摩耗性に優れた焼結体を製造可能な粉末冶金用鉄粉、及び鉄基混合粉を提供することを課題としている。その課題は、以下の手段で解決される。

B : 0.03~0.3重量%、Cr : 0.07重量%以下、Mn : 0.3重量%未満を含み、残部がFeと不可避的不純物からなり、かつ表面をオージェ電子分光分析法で測定して得たスペクトルのFeに対するBの強度比を、0.05以上とした鉄粉である。かかる鉄粉を用いると、焼結体内に残留する黒鉛量が増加し、該焼結体の切削性及び耐摩耗性が向上する。また、上記組成に加え、さらに、S、Se、Te、あるいはMo等を含有させた鉄粉も提供する。さらに、かかる鉄粉に、MoO₃粉やWO₃粉を添加混合した所謂鉄基混合粉をも開発した。なお、この鉄粉は、上記組成の他、特に溶鋼中の酸素量を100ppm以下に調整し、水アトマイズすることで製造する。

情報としての用途のみ

PCTに基づいて公開される国際出願をパンフレット第一頁にPCT加盟国を同定するために使用されるコード

AL	アルバニア	EE	エストニア	LR	リベリア	RU	ロシア連邦
AM	アルメニア	ES	スペイン	LS	レソト	SD	スーダン
AT	オーストリア	FI	フィンランド	LT	リトアニア	SE	スウェーデン
AU	オーストラリア	FR	フランス	LU	ルクセンブルグ	SG	シンガポール
AZ	アゼルバイジャン	GA	ガボン	LV	ラトヴィア	SI	スロヴェニア
BB	バルバドス	GB	イギリス	MC	モナコ	SK	スロヴァキア共和国
BE	ベルギー	GE	イギリス	MD	モルドバ	SN	セネガル
BF	ブルキナ・ファソ	GH	ガーナ	MG	マダガスカル	SZ	スワジランド
BG	ブルガリア	GN	ギニア	MK	マケドニア	TD	チャド
BJ	ベナン	GR	ギリシャ	VI	ヴィア共和国	TG	トーゴ
BR	ブラジル	HU	ハンガリー	ML	マリ	TJ	タジキスタン
BY	ベラルーシ	IE	アイルランド	MN	モンゴル	TM	トルクメニスタン
CA	カナダ	IS	アイスランド	MR	モリタニア	TR	トルコ
CC	中東	IT	イタリア	MW	マラウイ	TT	トリニダード・トバゴ
CF	中央アフリカ共和国	JP	日本	MX	メキシコ	UA	ウクライナ
CG	コンゴ	KE	ケニア	NL	ネーデルラント	UG	ウガンダ
CH	スイス	KG	キルギスタン	NE	ニジェール	US	米国
CI	コート・ジボアール	KP	朝鮮民主主義人民共和国	NO	ノルウェー	UZ	ウズベキスタン共和国
CM	カメルーン	KR	大韓民国	NZ	ニュージーランド	VN	ヴェトナム
CN	中国	KZ	カザフスタン	PL	ポーランド	YU	ユーゴスラビア
CZ	チェコ共和国	LI	リヒテンシュタイン	PT	ポルトガル		
DE	ドイツ	LU	ルクセンブルク	RO	ルーマニア		
DK	デンマーク	LV	ラトヴィア				

明 細 書

粉末冶金用鉄粉、その製造方法及び粉末冶金用鉄基混合粉

技術分野

本発明は、粉末冶金用鉄粉、その製造方法及び粉末冶金用鉄基混合粉に関
5 し、特に、焼結体とした際に、優れた切削性及び耐摩耗性を発揮する粉末に
係わる。

背景技術

一般に、粉末冶金は、金属粉を金型内で加圧して成形体とした後、該成型
体を焼結して機械部品等を製造する技術である。例えば、金属粉に鉄粉を用
10 いる場合には、該鉄粉にCu粉、黒鉛粉等を混合し、上記した成形、焼結を
行い、通常 $5.0 \sim 7.2 \text{ g/cm}^3$ 程度の密度を有する焼結体にする。か
かる粉末冶金を利用すれば、かなり複雑な形状の機械部品を寸法精度良く製
造できる。しかし、寸法精度の厳しい機械部品を製造する場合には、上記焼
15 結体に、さらに切削、あるいはドリル孔開け等の機械加工を施すことがあ
る。

また、粉末冶金製品、つまり焼結体は、一般に切削性が劣るので、溶製材
(例えば、連続鑄造で製造した鑄片を圧延して得た材料)を切削する場合に
比べると、切削に使用する工具の寿命が短くなる。そのため、上記機械加工
時のコストが高くなるという問題が生じる。焼結体の切削性が低い原因は、
20 該焼結体に含まれる気孔にある。該気孔によって、切削が断続的になった
り、あるいは、焼結体の熱伝導率が低下して、切削部の温度が上昇するた
めである。

そこで、焼結体の切削性を改善するため、従来は、SやMnSを鉄粉に混
合することが多かった。これらSやMnSは、切り屑の破断を容易にした

り、あるいは工具すくい面にSやMnSの薄膜を形成し、該薄膜が切削時に潤滑作用を発揮するからである。

例えば、特公平3-25481号公報は、0.1~0.5重量%MnとSi、Cなどを含有する純鉄に、さらにSを0.03~0.07重量%添加した溶鋼を、水または気体でアトマイズして製造する粉末冶金用鉄粉を提案している。しかしながら、この鉄粉を用いて製造した焼結体の切削性は、従来の鉄粉で製造した焼結体より2倍弱程度しか向上しておらず、より一層の改良が要望されていた。

また、特開昭61-253301号公報は、C:0.10重量%以下、Mn:2.0重量%以下、酸素:0.30重量%以下で、更に、Cr:0.10~5.0重量%、Ni:0.10~5.0重量%、Si:2.0重量%以下、Cu:0.10~10.0重量%、Mo:0.01~3.0重量%、W:0.01~3.0重量%、V:0.01~2.0重量%、Ti:0.005~0.50重量%、Zr:0.005~0.50重量%、Nb:0.005~0.50重量%、P:0.03~1.0重量%及びB:0.0005~1.0重量%からなる成分群のうちの1種または2種以上を含有し、さらに必要に応じてS:1.0重量%以下を含み、残部が実質的にFeからなる合金鋼粉を提案した。

しかしながら、この合金鋼粉は、鉄鉱石、ミルスケール等の酸化鉄を粉コークスで粗還元して得た鉄粉と、別途、多数の金属元素で予合金化した溶鋼を水アトマイズして得た母合金粉とを混合し、しかる後に、その混合粉を仕上還元して製造される。従って、この合金鋼粉は、非常に複雑な方法で製造されるばかりでなく、多数の合金元素を多量に含有しているので、コストの高いものであった。なお、上記の水アトマイズして得た母合金粉は、C:0.50重量%以下、Mn:5.0重量%以下、酸素量:1.5重量%以下、さらにCr:0.10~20.0重量%、Ni:0.15~20.0重

量%、Si : 5.0重量%以下、Cu : 0.15~20.0重量%、Mo :
0.015~15.0重量%、W : 0.015~15.0重量%、V :
0.015~5.0重量%、Ti : 0.01~2.0重量%、Zr :
0.01~2.0重量%、Nb : 0.01~2.0重量%、P : 0.04~
5 2.0重量%、およびB : 0.0010~2.0重量%から成る成分群のうち
の1種または2種以上を含有し、さらに必要に応じてS : 4重量%以下を
含み、残部が実質的にFeからなっている。

そこで、本出願人は、特開平7-233401号公報や特開平7-233
402号公報に開示したように、S、Cr、Mnを含む水アトマイズ鋼粉を
10 提案し、焼結体の切削性や耐摩耗性を従来より幾分改良した。その際、この
鋼粉を焼結すると、焼結体の気孔内に黒鉛が残留し、同時にMnSが鉄粒子
内に析出するので、該焼結体の切削性が飛躍的に増加することを明らかにし
た。なお、この黒鉛の残留は、焼結中に、CrとSが、鉄粉粒子内への黒鉛
の拡散を抑制するためと考えた。

15 しかしながら、かかる鋼粉であっても、焼結時の雰囲気ガスにH₂が含ま
れていると、その焼結体の切削性や耐摩耗性が低下するという問題があり、
さらなる改良が熱望されていた。

さらに本出願人らは特願平7-15368号で、B : 0.001~0.0
3重量%、Cr : 0.02~0.07重量%、Mn : 0.1重量%未満、
20 S、Se、Teの一種以上を合計で0.03~0.15重量%を含有する鉄
粉を焼結することにより、一層残留黒鉛量が増加し、切削性が向上すること
を提案した。

しかしながら残留黒鉛量は最高0.42重量%程度であり、鉄粉の組成が
B : 0.03重量%超え、Mn : 0.1重量%を超えた鉄粉の組成では切削
25 性の向上が認められなかった。

そこでさらに焼結体中の黒鉛量を多量に含む焼結鋼が得られる鉄粉が望ま

れていた。

発明の開示

本発明は、かかる事情に鑑み、従来より一層優れた切削性および耐摩耗性を発揮する焼結体の製造が可能な粉末冶金用鉄粉、その製造方法、及び該鉄粉に他の粉末を添加した混合粉を提供することを目的としている。

本発明者らは、上記特開平7-233401号公報や特開平7-233402号公報に記載されたことを参考に、焼結体の切削性及び耐摩耗性を一層向上させることを研究した。つまり、残留黒鉛の量を上記公報記載の焼結体より増加させる合金元素の発見に鋭意努力した。その結果、酸素が100ppm以下でBを含有する溶鋼を水でアトマイズして得られた鉄粉を用いて焼結すると、焼結体中の残留黒鉛量が著しく増加するという新しい知見を得た。さらに本発明のポイントは、一定量以上のBを該鉄粉表面に偏析させる点にある。本発明は、この知見を具現化したものであり、すなわち、

15 B : 0.03~0.3重量%、

Cr : 0.07重量%以下、

Mn : 0.3重量%未満、

を含み、残部がFeと不可避的不純物からなり、かつ表面をオージェ電子分光分析法で測定して得た発光スペクトルのFeに対するBの強度比が、

20 0.05以上であることを特徴とする粉末冶金用鉄粉である。

また、本発明は、上記組成に、S、SeおよびTeから選ばれた1種以上を、合計で0.001重量%~0.20重量%未満含有させたり、あるいは、Mo : 0.05~3.5重量%を含ませたことを特徴とする粉末冶金用鉄粉である。

25 さらに、本発明は、上記鉄粉に、MoO₃粉を0.05~0.7重量%及び/又はWO₃粉を0.05~0.7重量%混合したことを特徴とする粉末

冶金用鉄基混合粉でもある。

加えて、本発明は、粉末冶金用鉄粉を製造する方法において、

B : 0.03~0.3重量%、

Cr : 0.07重量%以下、

5 Mn : 0.3重量%未満、

酸素 : 100 ppm以下、

を含み、残部がFeおよび不可避的不純物とした溶鋼を用い、該溶鋼を水アトマイズして粉体とし、その粉体に脱水乾燥及び還元を順次施すことを特徴とする粉末冶金用鉄粉の製造方法である。

10 さらに加えて、本発明は、上記溶鋼の組成に、

S、SeおよびTeから選ばれた1種以上を合計で0.001重量%~0.20重量%未満を含ませたり、Moを0.05~3.5重量%含有させることを特徴とする粉末冶金用鉄粉の製造方法である。

本発明によれば、従来より優れた切削性、耐摩耗性を有する焼結体を容易
15 に製造できる粉末冶金用鉄粉が得られる。

図面の簡単な説明

図1は、本発明に係る鉄粉の表面をオージェ電子分光分析法で測定して得た発光スペクトルの一例を示す図である。

20 図2は、オージェ電子分光分析法で測定した鉄粉表面から深さ方向各位置における各元素の濃度分布例を示す線図である。なお、横軸のスputタリング時間は、鉄粉表面からの深さ方向の距離に対応するものである。

発明を実施するための最良の形態

25 本発明では、鉄粉中のCr、Mn含有量を低めに抑え、その代わりにBを積極的に含有させて、該鉄粉の表面にBを偏析させるようにした。その結

果、該鉄粉で製造した焼結体中の残留黒鉛量が従来の焼結体の場合より増加し、その切削性を一段と向上させた。また同時に、この残留黒鉛の自己潤滑作用で、焼結体の耐摩耗性をも向上させている。これは、Bを含有する溶鋼を水でアトマイズすると、Bの一部が水により容易に酸化されて鉄粉の表面
5 にB系酸化物として析出し、このB系酸化物が焼結中に鉄粉内へのCの拡散を抑制するため、残留黒鉛量が増加すると考えられる。

本発明の第1のポイントは酸素100ppm以下の溶鋼をアトマイズすることであり、第2のポイントは請求項に示されるように鉄粉の表面のBの偏析の程度を規定した点にある。この2つのポイントにより特願平7-153
10 68号に比べ、高B組成、低S組成で残留黒鉛量が増加し、切削性の一層の改善や耐摩耗性の向上を実現した。特に、焼結体中の黒鉛量が1重量%以上となると、耐摩耗性が格段に向上することが分かった。

また、本発明では、上記BとS、Se、Teとを併用することで、上記効果を促進させている。そして、さらにMoを含有させた鉄粉も提案した。な
15 お、このMoは、溶鋼の段階で予合金化して含有させるよりも、上記した本発明に係る鉄粉にMoO₃粉を混合する方が、焼結体の切削性をより一層向上させる。また、WO₃粉も、MoO₃粉と同様の効果を示すので、本発明に加えた。

したがって、本発明に係る粉末冶金用鉄粉、あるいは鉄基混合粉を、通常
20 通り、銅粉や黒鉛粉と混合して加圧成形体とし、該成形体を焼結すると、残留黒鉛を多量に含有した切削性及び耐摩耗性の優れた焼結体が容易に得られるようになる。以下に、各元素の含有量を限定した理由を説明する。

B : 0.03~0.3重量%

溶鋼に加えたBの一部が、該溶鋼を水アトマイズした際に、鉄粉の表面に
25 酸化物として析出する。そして、この鉄粉の成形体を焼結させると、該酸化物が、鉄粉粒子内への炭素の拡散を抑制し、焼結体内の残留黒鉛量を増加さ

せる。その結果、焼結体の切削性及び耐摩耗性を向上させる。また、B系酸化物は、非常に安定で、 H_2 と反応しないので、水素雰囲気中で焼結を行っても、特開平7-233401号公報記載の鋼粉のように、焼結体の切削性が低下することはない。注目すべきこととしては、Bを含有しない鉄粉に、

5 Fe-B合金粉を単に混合するような方法を採用しても、焼結体内の残留黒鉛量は増加せず、焼結体の切削性等の向上はなかった。

このBは、0.03重量%以上含有させると、残留黒鉛量の増加が著しくなり、焼結体の切削性及び耐摩耗性を一段と向上させるので、本発明では、0.03重量%を下限とする。一方、Bの含有量が0.3重量%を超えると、Bの一部が鉄粉粒子内に固溶して焼結体の硬さが増し、その切削性が低下するので、この量を上限とする。

10

鉄粉表面のB： オージェ電子分光分析法で測定して得た発光スペクトルのFeに対するBの強度比が0.05以上

Bは、前記したように、鉄粉の表面に偏析して存在することで、焼結体内の残留黒鉛量を増加させる効果を有する。この鉄粉の表面に偏析するBは、

15 オージェ電子分光分析法により測定することで確認できる。図1に、その測定で得た発光スペクトルの一例を示す。

発明者は、図1に示すようなスペクトルから、Feに対するBの強度比を求めた。具体的には、図示しているように電子エネルギーが703eV（横軸）に相当するFeのPeak-to-Peak値と、179eV位置のBのPeak-to-Peak値の比である。そして、発明者の研究によればこの強度比が0.05以上の場合に焼結体中の残留黒鉛量が増加したが、0.05未満では、それが認められなかった。そこで、本発明では、この0.05以上の強度比を有することを鉄粉の条件としたのである。

20

確認事項であるが、オージェ電子分光分析法で測定した鉄粉表面から深さ方向での各元素の濃度分布の一例を図2に示す。なお、横軸のスパッタリン

25

グ時間は該鉄粉表面からの深さ方向の距離を示す尺度である。図2では、鉄粉表面のB濃度は、17原子量%であった。また、Bの表面での濃化とともに、酸素も一緒に濃化しており、Bは、 B_2O_3 の形態で存在すると思われる。

5 なお、本発明で採用したオージェ電子分光分析法による鉄粉の定性分析では、一次電子ビームの加速電圧を10kV、ビーム電流を1.1 μ Aとした。また、測定したデータの読み込みは、1.00eV/step、50msec/stepとし、積算は11回行い、さらに5点微分を施して微分スペクトルを得た。

10 Cr : 0.07重量%以下

Crは、酸化物を形成しやすく、鉄粉表面を覆ってBの表面偏析を阻害するので、含有量はできるだけ少なく抑える必要がある。また、Crは、炭化物を形成し、焼結体の硬さを高めて切削性を低下させる。このため、本発明では、Crを0.07重量%以下とした。焼結体の切削性及び耐摩耗性と、

15 製造コストとの兼ね合いで、好ましい範囲は、0.02~0.06重量%とする。

Mn : 0.3重量%未満

Mnは、残留黒鉛を減少させる元素である。また、鉄粉粒子内のMnは、S、Se、Teと結合して化合物となり、焼結体内の残留黒鉛を増加させる
20 に有効なS、Se、Teを減少する。さらに、Mnは、酸化物を形成して鉄粉の表面を覆い、Bの表面での偏析を阻害する。このため、0.3重量%以上含有させると、焼結体内の残留黒鉛量が少なくなり、その切削性を低下させる。溶鋼成分の調整段階でMn量の低減のために要する精錬コスト、及び焼結体の切削性の点から、好ましい範囲は、0.07~0.15重量%とす
25 る。

S、Se、Teのうち1種以上の合計 : 0.001~0.20重量%未満

S、Se、Teは、焼結体内の残留黒鉛量を増加させるために含有させる。その量の合計は、0.001～0.20重量%未満に限定する。0.20重量%以上になると、焼結時に「すす」を発生し、製品たる機械部品が錆やすくなるため、この値を上限とした。一方、0.001重量%以下
5 5 では、残留黒鉛量の増加効果がないので、上記範囲に限定した。

Mo：0.05～3.5重量%

Moは、鉄粉の強度を増加させるために含有させる。しかし、その量が0.05重量%未満では、強度の向上が認められず、3.5重量%を超えると、焼結体の切削性が急激に低下するので、上記の範囲に定めた。なお、強
10 度と切削性の点から、好ましい範囲は、0.4～0.7重量%である。

MoO₃粉：0.05～0.7重量%、WO₃粉：0.05～0.7重量%のいずれか1種以上

MoO₃及びWO₃粉は、本発明に係る上記鉄粉と混合し、新規な粉末冶金用混合粉を形成するのに利用される。その混合目的は、焼結体の切削性向
15 上と、固溶硬化による強度増加である。MoO₃粉及びWO₃粉の混合量は、0.05未満では、上記効果が認められず、0.7重量%を超えると、鉄粒子内にベイナイトが生成して、焼結体の強度が低下する。このため、混合量を、いずれも0.05～0.7重量%の範囲とした。

また、鉄粉に、MoO₃粉、WO₃粉のいずれか1種以上と黒鉛粉末および銅粉とを混合する時、それらに公知の偏析防止処理（特開平1-165701号公報、特開平2-47201号公報参照）を施してから混合することが、一層好ましい。それは、MoO₃粉、WO₃粉が鉄粉に均質に混合されるので、単純な混合方法に比べ、焼結体内でのMo、Wの鉄粉への固溶が均質となるからである。その結果、焼結後に、鉄粒子内のフェライト相が微細
25 になり、単純な混合方法で製造した場合に比べ、焼結体の強度が15重量%程度増加する。

溶鋼中の酸素：100ppm以下

本発明に係る鉄粉は、上記した組成範囲に調整した溶鋼を水でアトマイズして形成する。その際、溶鋼中の酸素(O)量は、100ppm以下に、好ましくは70ppm以下とするのが良い。溶鋼中のO量が100ppmを超え
5 えると、アトマイズ前に、Bが B_2O_3 となってスラグ化し、鉄粉に有効なB量が低下する。そこで、溶鋼中のO量はできるだけ低く抑え、Bを溶鋼中に溶解させてからアトマイズし、水でBを酸化させて鉄粉表面にBや B_2O_3 として偏析させることが重要である。

水アトマイズで形成した鉄粉は、その後、通常通りに乾燥脱水及び還元を
10 施してから、粉碎、分級して鉄粉とするのである。

実施例1

鉄粉組成が、B：0.02～0.10重量%、Cr：0.02～0.04重量%、Mn：0.06～0.07重量%を含み、残部がFeと不可避的不純物となるアトマイズ鉄粉を9種類製造した。それは、本発明に係る鉄粉が
15 5種類と、実施成績を比較するための鉄粉(以下、比較例という)4種類である。これら鉄粉の製造方法は、以下の通りである。

まず、所定組成にした温度1630℃の溶鋼を、水でアトマイズし、粉末とした。この粉末を窒素雰囲気下、140℃の温度で60分間乾燥してから、純水素雰囲気下、930℃の温度で20分間の還元処理を施した。そし
20 て、冷却後に還元炉から取り出した粉末を、粉碎、分級して、表1に示すNo. 1～6とした。

また、同じ製造方法で、上記鉄粉の組成に加えて、さらに、S：0.02～0.10重量%を含む鉄粉を製造した。それが、表1に示すNo. 7～10である。なお、アトマイズ前の溶鋼は、炭化鉄を添加して、酸素含有量
25 を40～200ppmの範囲に調整してある。

このようにして製造したNo. 1～9の表面を、オージェ電子分光分析法

で発光スペクトルを測定し、該スペクトルからFeのPeak-to-Peak値(703 eV)に対するBのPeak-to-Peak値(179 eV)の強度比を計算した。測定方法及び測定条件は、前述の通りである。

次に、これら鉄粉に、黒鉛粉1.2重量%及び銅粉2.0重量%を混合し、さらに、この混合粉100重量部に対して、ステアリン酸亜鉛1重量部を加えた後、密度6.85 g/cm³になるように加圧して、円柱状の成形体とした。そして、これらの成形体を、水素10体積%を含む窒素気流下、1130℃の温度で20分間焼結した。

得られた焼結体内の残留黒鉛量は、該焼結体の1部(試料)を硝酸で溶解し、残渣をガラス・フィルタで濾過して得た濾液から、赤外線吸収法で求めた。また、各焼結体の切削性は、別途、これらの鉄粉を用いて、外径60 mmφ、高さ10 mmの円柱状の焼結体を製造し、該焼結体を試験片として評価した。具体的には、まず、直径2 mmφのハイス製ドリルを、10000 rpm、0.012 mm/revの条件で回転させ、試験片に多数の孔を開ける。そして、該ドリルが穿孔不能になるまでに開けた孔の平均個数(ドリル3本の平均値)を求め、その数値が大きい(使用工具の寿命が長かった)試験片ほど、切削性が良いとしたのである。

以上説明した鉄粉及び焼結体の特性を、まとめて表1に示す。

表1より明らかなように、本発明に係る粉末冶金用鉄粉で製造した焼結体は、溶鋼中の酸素を100 ppm以下にしてあるので、オージェ電子分光分析法で鉄粉表面で測定して得たスペクトルのFeに対するBの強度比がすべて0.05以上である。また、焼結体の残留黒鉛量も比較例に比べて多く、切削性が大幅に向上していた。

表1

No.	化学成分 (wt %)				溶 鋼 酸素量 ppm	B / Fe 強度比	残 留 黒鉛量 wt%	工具寿命 個	備考
	B	Cr	Mn	S					
1	0.032	0.03	0.07	0.002*	50	0.17	0.45	480	本発明例
2	0.032	0.02	0.06	0.002*	75	0.10	0.40	400	本発明例
3	0.040	0.02	0.07	0.002*	95	0.06	0.40	320	本発明例
4	0.031	0.02	0.07	0.002*	125	0.02	0.12	100	比較例
5	0.060	0.04	0.07	0.002*	150	0.02	0.10	90	比較例
6	0.040	0.03	0.07	0.002*	200	0.02	0.08	85	比較例
7	0.031	0.02	0.07	0.03	75	0.09	0.45	530	本発明例
8	0.032	0.02	0.07	0.02	95	0.06	0.40	480	本発明例
9	0.040	0.03	0.07	0.02	125	0.02	0.09	95	比較例
10	0.100	0.03	0.07	0.10	75	0.08	1.05	720	本発明例

* 不可避的不純物である

実施例2

20 別途、表2に示す組成のアトマイズ鉄粉を製造した。それは、本発明に係る鉄粉6種類 (No. 11, 12, 16, 18, 23, 24)、鉄基混合粉4種類 (No. 13, 14, 15及び17)、比較例4種類 (No. 19~22)である。なお、表2には、水アトマイズ前の溶鋼中の酸素量も併記してある。

25 これら鉄粉及び鉄基混合粉は、実施例1と同様に処理した後、オージェ電子分光分析法で鉄粉表面のFeのPeak-to-Peak値 (703_eV

）に対するBのPeak-to-Peak値（179eV）のスペクトル強度比を測定した。また、実施例1と同じ条件で、成形体の焼結を行い、得られた焼結体の残留黒鉛量測定、及び切削性を評価した。

表2より、本発明に係るアトマイズ鉄粉や鉄基混合粉で製造した焼結体
5 は、その残留黒鉛量も多く、工具寿命も長くて、切削性が優れていることがわかる。

表 2

No.	化学成分 (wt %)										添加粉		溶鋼 酸素量 ppm	B/Fe 強度比	殘留 黑鉛量 wt%	工具寿命 個	備考
	B	Cr	Mn	S	Se	Te	Mo	MoO ₃	WO ₃								
1 1	0.100	0.05	0.04	0.002*			1.0					70	0.10	0.80	440	本発明例	
1 2	0.100	0.04	0.05	0.002*			3.2					70	0.08	0.75	450	本発明例	
1 3	0.050	0.02	0.05	0.05	-	-	-	0.1				70	0.11	0.60	240	本発明例	
1 4	0.250	0.02	0.07	0.15	-	-	-		0.3			65	0.08	0.80	450	本発明例	
1 5	0.010	0.05	0.04	0.002*	-	-	-	0.4	0.3			70	0.09	0.45	270	本発明例	
1 6	0.050	0.07	0.06	0.002*	0.01		0.3					80	0.08	0.45	290	本発明例	
1 7	0.060	0.07	0.04	0.01	-	-	-	0.5				70	0.10	0.50	300	本発明例	
1 8	0.080	0.07	0.05	0.01	0.02	0.05	-					70	0.08	0.60	400	本発明例	
1 9	-	0.07	0.05	0.002*	-	-	-					70	-	0.002	5	比較例	
2 0	0.350	0.04	0.04	0.002*	-	-	-					70	0.10	0.40	30	比較例	
2 1	0.100	0.10	0.04	0.002*	-	-	-					90	0.03	0.03	60	比較例	
2 2	0.090	0.02	0.30	0.002*	-	-	-					75	0.02	0.04	70	比較例	
2 3	0.070	0.04	0.20	0.10	-	-	-	-	-			70	0.10	1.00	500	本発明例	
2 4	0.100	0.02	0.07	0.15	-	-	-	-	-			90	0.06	1.10	520	本発明例	

* 不可避的不純物である

実施例3

表3に示す組成の水アトマイズ鉄粉を上記と同様に製造した。それは、本発明に係る鉄粉4種類(No. 25~28)及び比較例3種類(No. 29~31)である。これら鉄粉に、黒鉛粉2重量%及び銅粉15重量%を加え、さらに潤滑剤としてステアリン酸亜鉛1重量%を混合して、密度6.85 g/cm³になるように加圧し、成形体を作成した。次に、該成形体をRXガス(endothermic gas)雰囲気下、温度1130℃で20分間焼結した。

焼結体の残留黒鉛量、前記したオージェ分光分析法によるFeとBとのスペクトル強度比も表3に示す。また、各焼結体で内径10mmφ×外径20mmφ×高さ8mmの円筒状試験体を製作し、その円筒内に直径10mmφのS45C製シャフトを、孔壁とのクリアランス20μmで挿入した。そして、乾燥条件下、該シャフトを周速100m/minで回転させて、低荷重から段階的に接触荷重を増加させる方法で耐摩耗性試験を行った。つまり、該シャフトと円筒内壁とが焼付いた時の接触荷重を、焼結体の耐摩耗性指標としたのである。

本発明に係る鉄粉No. 25~28は、荷重4 kgf/cm²以上の耐摩耗性を有していた。この様に焼結体中の黒鉛量が1重量%以上となると、耐摩耗性が格段に向上する。一方、比較例とした鉄粉のNo. 29はBの偏析が少なく、また、No. 30はBを含有せず、No. 31はBを過剰に含有していたので、それらを用いて製造した焼結体の耐摩耗性は、本発明に係る鉄粉に比較して劣っていた。

表3

No.	化学成分 (wt %)				B/ Fe 強度比	残 留 黒鉛量 wt%	耐摩耗性 kgf/cm ²	備考
	B	Cr	Mn	S				
25	0.050	0.06	0.06	0.002*	0.10	1.0	4.0	本発明例
26	0.100	0.03	0.07	0.08	0.06	1.7	7.0	本発明例
27	0.150	0.02	0.04	0.03	0.10	1.8	8.0	本発明例
28	0.180	0.02	0.05	0.10	0.09	1.8	8.3	本発明例
29	<u>0.050</u>	0.06	0.07	0.002*	0.02	0.5	2.0	比較例
30	—	0.06	0.07	0.03	N.D	0.02	0.2	比較例
31	<u>0.500</u>	0.06	0.06	0.002*	0.10	0.8	0.7	比較例

* 不可避的不純物である

15 産業上の利用可能性

本発明に係る粉末冶金用鉄粉及び鉄基混合粉は、圧密成形体にして焼結すると、該焼結体の切削性及び耐摩耗性が、従来の鉄粉や混合粉より良くなる。従って、これら粉末を用い、粉末冶金法で機械部品を製造すれば、該機械部品の寸法精度が高まり、その寿命も延びるので、本発明は、産業上、非常に

20 有用なものである。

請求の範囲

1. B : 0.03~0.3重量%、Cr : 0.07重量%以下、Mn : 0.3重量%未満、を含み、残部がFeと不可避免の不純物からなり、かつ鉄粉表面をオージェ電子分光分析法で測定して得た発光スペクトルのFeのPeak-to-Peak値に対するBのPeak-to-Peak値の比が、0.05以上であることを特徴とする粉末冶金用鉄粉。
5
2. さらに、S、SeおよびTeから選ばれた1種以上を、合計で0.001重量%~0.2重量%未満含有することを特徴とする請求項1記載の粉末冶金用鉄粉。
10
3. さらに、重量比で、Mo : 0.05~3.5重量%を含むことを特徴とする請求項1または2記載の粉末冶金用鉄粉。
15
4. 請求項1または2記載の鉄粉に、MoO₃粉を0.05~0.7重量%及び/又はWO₃粉を0.05~0.7重量%混合したことを特徴とする粉末冶金用鉄基混合粉。
20
5. 粉末冶金用鉄粉を製造する方法において、B : 0.03~0.3重量%、Cr : 0.07重量%以下、Mn : 0.3重量%未満、酸素 : 100ppm以下、を含み、残部がFeおよび不可避免の不純物とした溶鋼を用い、該溶鋼を水アトマイズして粉末とし、その粉末に脱水乾燥及び還元を順次施すことを特徴とする粉末冶金用鉄粉の製造方法。
25
6. さらに、上記溶鋼の組成に、S、SeおよびTeから選ばれた1種以

上を合計で0.001重量%~0.20重量%未満を含せることを特徴とする請求項5記載の粉末冶金用鉄粉の製造方法。

7. さらに、上記溶鋼の組成に、Moを0.05~3.5重量%含有させることを特徴とする請求項5又は6記載の粉末冶金用鉄粉の製造方法。

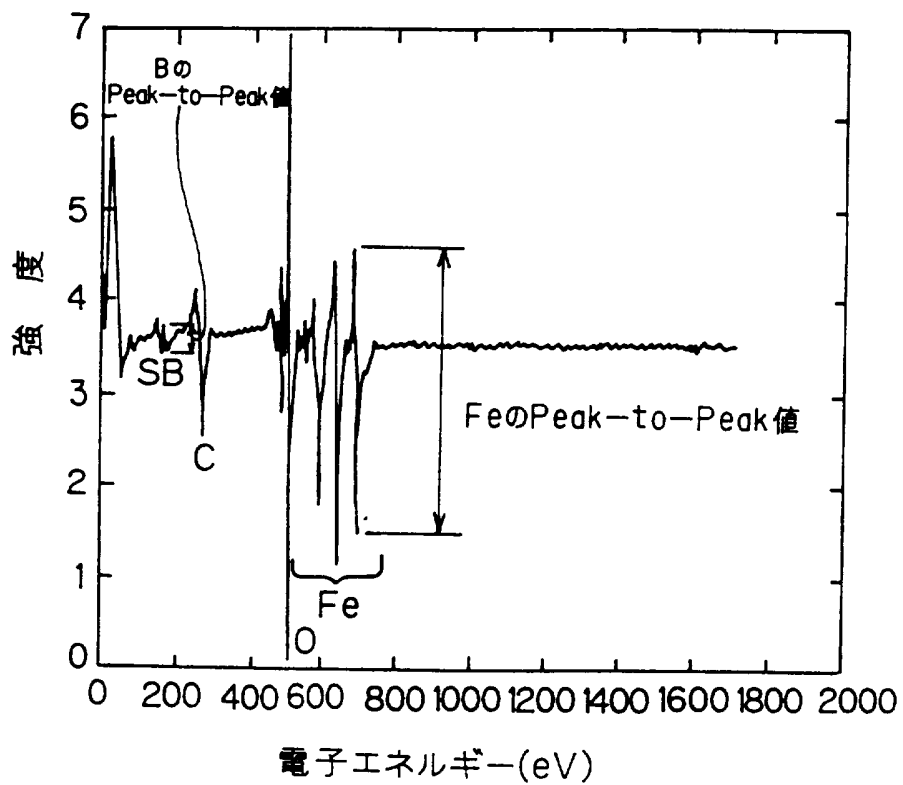


Fig.1

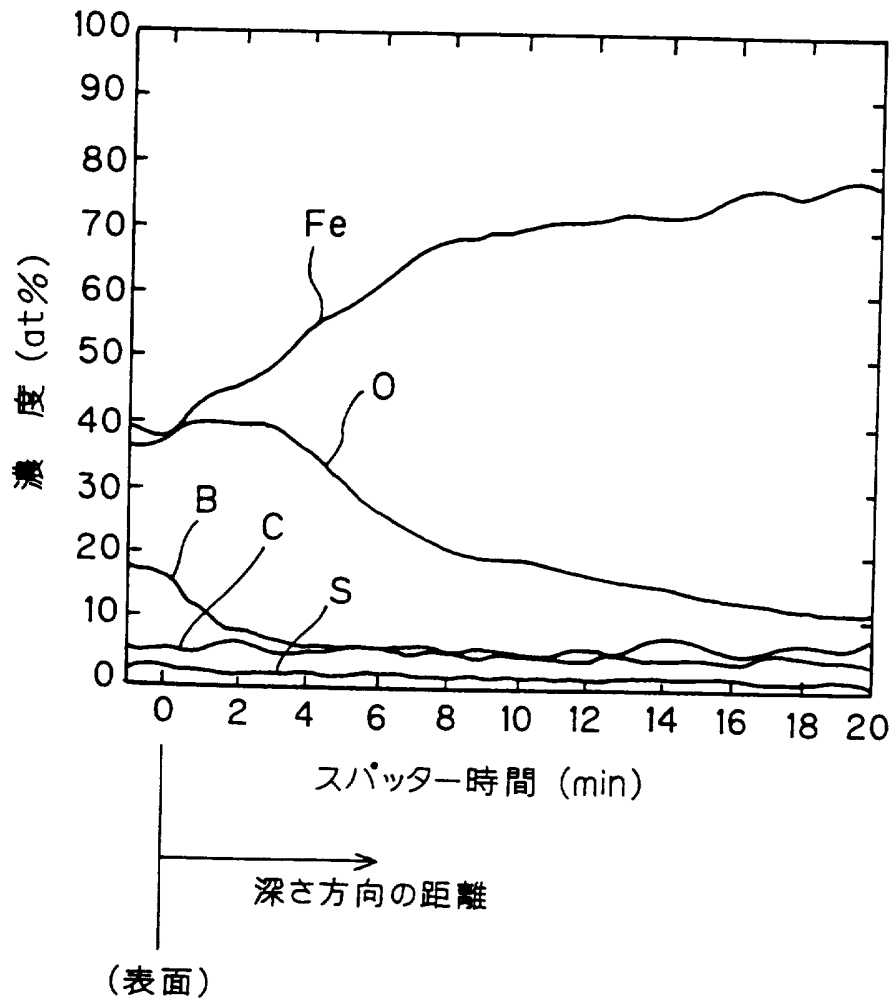


Fig.2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP96/03007

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int. Cl⁶ B22F1/00, B22F9/08, C22C33/02, C22C38/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int. Cl⁶ B22F1/00, C22C33/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP, 61-253301, A (Daido Steel Co., Ltd.), November 11, 1986 (11. 11. 86) (Family: none)	1 - 7
A	JP, 3-247743, A (Kawasaki Steel Corp.), November 5, 1991 (05. 11. 91) (Family: none)	1 - 7
A	JP, 7-233402, A (Kawasaki Steel Corp.), September 5, 1995 (05. 09. 95) & US, 5571305, A	1 - 7

Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
 "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 "E" earlier document but published on or after the international filing date
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
 "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
January 10, 1997 (10. 01. 97)

Date of mailing of the international search report
January 21, 1997 (21. 01. 97)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office
Facsimile No.

Authorized officer
Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁶ B22F 1/00, B22F 9/08, C22C 33/02, C22C 38/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁶ B22F 1/00, C22C 33/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, 61-253301, A (大同特殊鋼株式会社), 11. 11月. 1986 (11. 11. 86), (ファミリーなし)	1-7
A	JP, 3-247743, A (川崎製鉄株式会社), 5. 11月. 1991 (05. 11. 91), (ファミリーなし)	1-7
A	JP, 7-233402, A (川崎製鉄株式会社), 5. 9月. 1995 (05. 09. 95) & US, 5571305, A	1-7

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

- 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
- 「E」 先行文献ではあるが、国際出願日以後に公表されたもの
- 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
- 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

- の日の後に公表された文献
- 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
- 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日
10. 01. 97

国際調査報告の発送日
21.01.97

国際調査機関の名称及びあて先
日本国特許庁 (ISA/JP)
郵便番号100
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)
岡田 万里 印
4K 7412
電話番号 03-3581-1101 内線 3434