

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6308073号  
(P6308073)

(45) 発行日 平成30年4月11日 (2018. 4. 11)

(24) 登録日 平成30年3月23日 (2018. 3. 23)

(51) Int. Cl.	F I
<b>B 2 2 F 1/00 (2006. 01)</b>	B 2 2 F 1/00 T
<b>C 2 2 C 38/00 (2006. 01)</b>	C 2 2 C 38/00 3 O 4
<b>C 2 2 C 33/02 (2006. 01)</b>	C 2 2 C 33/02 B

請求項の数 24 (全 32 頁)

(21) 出願番号	特願2014-167260 (P2014-167260)	(73) 特許権者	000002369
(22) 出願日	平成26年8月20日 (2014. 8. 20)		セイコーエプソン株式会社
(65) 公開番号	特開2015-180763 (P2015-180763A)		東京都新宿区新宿四丁目1番6号
(43) 公開日	平成27年10月15日 (2015. 10. 15)	(74) 代理人	100091292
審査請求日	平成29年6月30日 (2017. 6. 30)		弁理士 増田 達哉
(31) 優先権主張番号	特願2013-226545 (P2013-226545)	(74) 代理人	100091627
(32) 優先日	平成25年10月31日 (2013. 10. 31)		弁理士 朝比 一夫
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(74) 代理人	100116665
(31) 優先権主張番号	特願2014-41332 (P2014-41332)		弁理士 渡辺 和昭
(32) 優先日	平成26年3月4日 (2014. 3. 4)	(74) 代理人	100164633
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		弁理士 西田 圭介
		(74) 代理人	100179475
			弁理士 仲井 智至

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粉末冶金用金属粉末、コンパウンド、造粒粉末および焼結体

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

F e が主成分であり、  
 C r が 1 0 質量% 以上 3 0 質量% 以下の割合で含まれ、  
 C が 0 . 1 5 質量% 以上 1 . 5 質量% 以下の割合で含まれ、  
 S i が 0 . 3 質量% 以上 1 質量% 以下の割合で含まれ、  
 Z r が 0 . 0 1 質量% 以上 0 . 5 質量% 以下の割合で含まれ、  
 N b が 0 . 0 1 質量% 以上 0 . 5 質量% 以下の割合で含まれ、  
 M n および N i が合計で 0 . 0 5 質量% 以上 1 . 6 質量% 以下の割合で含まれ、  
 M o の含有率が 0 . 8 質量% 以下であることを特徴とする粉末冶金用金属粉末。

10

【請求項 2】

F e が主成分であり、  
 C r が 1 0 . 5 質量% 以上 2 0 質量% 以下の割合で含まれ、  
 C が 0 . 3 5 質量% 以上 1 . 1 5 質量% 以下の割合で含まれ、  
 S i が 0 . 4 質量% 以上 0 . 8 5 質量% 以下の割合で含まれ、  
 Z r が 0 . 0 3 質量% 以上 0 . 2 質量% 以下の割合で含まれ、  
 N b が 0 . 0 3 質量% 以上 0 . 2 質量% 以下の割合で含まれ、  
 M n および N i が合計で 0 . 0 8 質量% 以上 1 . 3 質量% 以下の割合で含まれ、  
 M o の含有率が 0 . 8 質量% 以下であることを特徴とする粉末冶金用金属粉末。

【請求項 3】

20

Fe が主成分であり、  
 Cr が 11 質量%以上 18 質量%以下の割合で含まれ、  
 C が 0.4 質量%以上 1.1 質量%以下の割合で含まれ、  
 Si が 0.5 質量%以上 0.8 質量%以下の割合で含まれ、  
 Zr が 0.05 質量%以上 0.1 質量%以下の割合で含まれ、  
 Nb が 0.05 質量%以上 0.1 質量%以下の割合で含まれ、  
 Mn および Ni が合計で 0.1 質量%以上 1 質量%以下の割合で含まれ、  
 Mo の含有率が 0.8 質量%以下であることを特徴とする粉末冶金用金属粉末。

【請求項 4】

マルテンサイトの結晶構造を有している請求項 1 ないし 3 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末。 10

【請求項 5】

Nb の含有率に対する Zr の含有率の比率  $Zr / Nb$  は、0.3 以上 3 以下である請求項 1 ないし 4 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末。

【請求項 6】

Nb の含有率に対する Zr の含有率の比率  $Zr / Nb$  は、0.5 以上 2 以下である請求項 1 ないし 4 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末。

【請求項 7】

Zr の含有率と Nb の含有率の合計が 0.05 質量%以上 0.6 質量%以下である請求項 1 ないし 6 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末。 20

【請求項 8】

Zr の含有率と Nb の含有率の合計が 0.1 質量%以上 0.48 質量%以下である請求項 1 ないし 6 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末。

【請求項 9】

Zr の含有率と Nb の含有率の合計が 0.12 質量%以上 0.24 質量%以下である請求項 1 ないし 6 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末。

【請求項 10】

Zr の含有率と Nb の含有率の合計を  $(Zr + Nb)$  としたとき、Si の含有率に対する  $(Zr + Nb)$  の比率  $(Zr + Nb) / Si$  は、0.1 以上 0.7 以下である請求項 1 ないし 9 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末。 30

【請求項 11】

Zr の含有率と Nb の含有率の合計を  $(Zr + Nb)$  としたとき、Si の含有率に対する  $(Zr + Nb)$  の比率  $(Zr + Nb) / Si$  は、0.15 以上 0.6 以下である請求項 1 ないし 9 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末。

【請求項 12】

Zr の含有率と Nb の含有率の合計を  $(Zr + Nb)$  としたとき、Si の含有率に対する  $(Zr + Nb)$  の比率  $(Zr + Nb) / Si$  は、0.17 以上 0.5 以下である請求項 1 ないし 9 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末。

【請求項 13】

Mn が 0.01 質量%以上 1.25 質量%以下の割合で含まれる請求項 1 ないし 12 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末。 40

【請求項 14】

Mn が 0.03 質量%以上 0.3 質量%以下の割合で含まれる請求項 1 ないし 12 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末。

【請求項 15】

Mn が 0.05 質量%以上 0.2 質量%以下の割合で含まれる請求項 1 ないし 12 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末。

【請求項 16】

Ni が 0.05 質量%以上 0.6 質量%以下の割合で含まれる請求項 1 ないし 15 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末。 50

## 【請求項 17】

Ni が 0.06 質量%以上 0.4 質量%以下の割合で含まれる請求項 1 ないし 15 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末。

## 【請求項 18】

Ni が 0.07 質量%以上 0.25 質量%以下の割合で含まれる請求項 1 ないし 15 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末。

## 【請求項 19】

平均粒径が 0.5 μm 以上 30 μm 以下である請求項 1 ないし 18 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末。

## 【請求項 20】

請求項 1 ないし 19 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末と、前記粉末冶金用金属粉末の粒子同士を結着するバインダーと、を含むことを特徴とするコンパウンド。

## 【請求項 21】

請求項 1 ないし 19 のいずれか 1 項に記載の粉末冶金用金属粉末を造粒してなることを特徴とする造粒粉末。

## 【請求項 22】

Fe が主成分であり、  
Cr が 10 質量%以上 30 質量%以下の割合で含まれ、  
C が 0.15 質量%以上 1.5 質量%以下の割合で含まれ、  
Si が 0.3 質量%以上 1 質量%以下の割合で含まれ、  
Zr が 0.01 質量%以上 0.5 質量%以下の割合で含まれ、  
Nb が 0.01 質量%以上 0.5 質量%以下の割合で含まれ、  
Mn および Ni が合計で 0.05 質量%以上 1.6 質量%以下の割合で含まれ、  
Mo の含有率が 0.8 質量%以下である粉末冶金用金属粉末を焼結して製造されたこと  
を特徴とする焼結体。

## 【請求項 23】

Fe が主成分であり、  
Cr が 10 質量%以上 30 質量%以下の割合で含まれ、  
C が 0.15 質量%以上 1.5 質量%以下の割合で含まれ、  
Si が 0.3 質量%以上 1 質量%以下の割合で含まれ、  
Zr が 0.01 質量%以上 0.5 質量%以下の割合で含まれ、  
Nb が 0.01 質量%以上 0.5 質量%以下の割合で含まれ、  
Mn および Ni が合計で 0.05 質量%以上 1.6 質量%以下の割合で含まれ、  
Mo の含有率が 0.8 質量%以下であることを特徴とする焼結体。

## 【請求項 24】

相対密度が 97%以上であり、かつ、表面のビッカース硬度が 570 以上である請求項 22 または 23 に記載の焼結体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、粉末冶金用金属粉末、コンパウンド、造粒粉末および焼結体に関するものである。

## 【背景技術】

## 【0002】

粉末冶金法では、金属粉末とバインダーとを含む組成物を、所望の形状に成形して成形体を得た後、成形体を脱脂・焼結することにより、焼結体を製造する。このような焼結体の製造過程では、金属粉末の粒子同士の間で原子の拡散現象が生じ、これにより成形体が徐々に緻密化することによって焼結に至る。

## 【0003】

例えば、特許文献 1 には、Zr および Si を含み、残部が Fe、Co および Ni からな

10

20

30

40

50

る群から選択される少なくとも１種と不可避元素とで構成された粉末冶金用金属粉末が提案されている。このような粉末冶金用金属粉末によれば、Zrの作用によって焼結性が向上し、高密度の焼結体を容易に製造することができる。

【０００４】

このようにして得られた焼結体は、近年、各種機械部品や構造部品等に幅広く用いられるようになってきている。

【０００５】

ところが、焼結体の用途によっては、さらなる緻密化が必要とされている場合もある。このような場合、焼結体に対して、さらに熱間等方加圧処理（HIP処理）のような追加処理を行い、高密度化を図っているが、作業工数が大幅に増加するとともに、高コスト化を免れない。

10

【０００６】

そこで、追加処理等を施すことなく、高密度の焼結体を製造可能な金属粉末の実現に期待が高まっている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【０００７】

【特許文献１】特開２０１２－８７４１６号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

20

【０００８】

本発明の目的は、高密度の焼結体を製造可能な粉末冶金用金属粉末、コンパウンドおよび造粒粉末、ならびに前記粉末冶金用金属粉末を用いて製造された高密度の焼結体を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【０００９】

上記目的は、下記の本発明により達成される。

本発明の粉末冶金用金属粉末は、Feが主成分であり、  
Crが１０質量％以上３０質量％以下の割合で含まれ、  
Cが０．１５質量％以上１．５質量％以下の割合で含まれ、  
Siが０．３質量％以上１質量％以下の割合で含まれ、  
Zrが０．０１質量％以上０．５質量％以下の割合で含まれ、  
Nbが０．０１質量％以上０．５質量％以下の割合で含まれ、  
MnおよびNiが合計で０．０５質量％以上１．６質量％以下の割合で含まれ、  
Moの含有率が０．８質量％以下であることを特徴とする。

30

本発明の粉末冶金用金属粉末は、Feが主成分であり、  
Crが１０．５質量％以上２０質量％以下の割合で含まれ、  
Cが０．３５質量％以上１．１５質量％以下の割合で含まれ、  
Siが０．４質量％以上０．８５質量％以下の割合で含まれ、  
Zrが０．０３質量％以上０．２質量％以下の割合で含まれ、  
Nbが０．０３質量％以上０．２質量％以下の割合で含まれ、  
MnおよびNiが合計で０．０８質量％以上１．３質量％以下の割合で含まれ、  
Moの含有率が０．８質量％以下であることを特徴とする。

40

本発明の粉末冶金用金属粉末は、Feが主成分であり、  
Crが１１質量％以上１８質量％以下の割合で含まれ、  
Cが０．４質量％以上１．１質量％以下の割合で含まれ、  
Siが０．５質量％以上０．８質量％以下の割合で含まれ、  
Zrが０．０５質量％以上０．１質量％以下の割合で含まれ、  
Nbが０．０５質量％以上０．１質量％以下の割合で含まれ、  
MnおよびNiが合計で０．１質量％以上１質量％以下の割合で含まれ、

50

Moの含有率が0.8質量%以下であることを特徴とする。

【0010】

これにより、ZrとNbとが適度に添加されているので、焼結時に結晶粒の著しい成長が抑えられ、焼結体中に空孔が生じ難くなるとともに、結晶粒の肥大化が防止された、高密度の焼結体を製造可能な粉末冶金用金属粉末が得られる。

【0011】

本発明の粉末冶金用金属粉末では、マルテンサイトの結晶構造を有していることが好ましい。

【0012】

マルテンサイト系ステンレス鋼の結晶構造は、CやNが過飽和に固溶した体心立方格子であるため、通常の体心立方格子に比べてやや歪んだ状態になっている。このため、かかる結晶構造を有する粉末冶金用金属粉末は、この結晶構造の歪みを反映した高硬度の焼結体を製造し得るものとなる。

【0013】

本発明の粉末冶金用金属粉末では、Nbの含有率に対するZrの含有率の比率 $Zr/Nb$ は、0.3以上3以下であることが好ましい。

本発明の粉末冶金用金属粉末では、Nbの含有率に対するZrの含有率の比率 $Zr/Nb$ は、0.5以上2以下であることが好ましい。

【0014】

これにより、Nb炭化物を核にした領域とZr炭化物を核にした領域とで結晶成長が始まるタイミングのずれを最適化することができる。その結果、成形体中に残存する空孔を内側から順次掃き出すようにして排出することができるので、焼結体中に生じる空孔を最小限に抑えることができる。したがって、 $Zr/Nb$ を前記範囲内に設定することで、高密度で機械的特性に優れた焼結体を製造可能な金属粉末を得ることができる。

【0015】

本発明の粉末冶金用金属粉末では、Zrの含有率とNbの含有率の合計が0.05質量%以上0.6質量%以下であることが好ましい。

本発明の粉末冶金用金属粉末では、Zrの含有率とNbの含有率の合計が0.1質量%以上0.48質量%以下であることが好ましい。

本発明の粉末冶金用金属粉末では、Zrの含有率とNbの含有率の合計が0.12質量%以上0.24質量%以下であることが好ましい。

これにより、製造される焼結体の高密度化が必要かつ十分なものとなる。

【0016】

本発明の粉末冶金用金属粉末では、Zrの含有率とNbの含有率の合計を $(Zr + Nb)$ としたとき、Siの含有率に対する $(Zr + Nb)$ の比率 $(Zr + Nb)/Si$ は、0.1以上0.7以下であることが好ましい。

本発明の粉末冶金用金属粉末では、Zrの含有率とNbの含有率の合計を $(Zr + Nb)$ としたとき、Siの含有率に対する $(Zr + Nb)$ の比率 $(Zr + Nb)/Si$ は、0.15以上0.6以下であることが好ましい。

本発明の粉末冶金用金属粉末では、Zrの含有率とNbの含有率の合計を $(Zr + Nb)$ としたとき、Siの含有率に対する $(Zr + Nb)$ の比率 $(Zr + Nb)/Si$ は、0.17以上0.5以下であることが好ましい。

【0017】

これにより、Siを添加した場合の靱性の低下等が、ZrおよびNbの添加によって十分に補われる。その結果、高密度であるにもかかわらず、靱性といった機械的特性に優れ、かつ、Siに由来する耐食性にも優れた焼結体を製造可能な金属粉末が得られる。

【0018】

本発明の粉末冶金用金属粉末では、Mnが0.01質量%以上1.25質量%以下の割合で含まれることが好ましい。

本発明の粉末冶金用金属粉末では、Mnが0.03質量%以上0.3質量%以下の割合

10

20

30

40

50

で含まれることが好ましい。

本発明の粉末冶金用金属粉末では、Mnが0.05質量%以上0.2質量%以下の割合で含まれることが好ましい。

これにより、高密度で機械的特性に優れた焼結体が得られる。

【0019】

本発明の粉末冶金用金属粉末では、Niが0.05質量%以上0.6質量%以下の割合で含まれることが好ましい。

本発明の粉末冶金用金属粉末では、Niが0.06質量%以上0.4質量%以下の割合で含まれることが好ましい。

本発明の粉末冶金用金属粉末では、Niが0.07質量%以上0.25質量%以下の割合で含まれることが好ましい。

10

これにより、長期にわたって機械的特性に優れた焼結体が得られる。

【0020】

本発明の粉末冶金用金属粉末では、平均粒径が0.5μm以上30μm以下であることが好ましい。

【0021】

これにより、焼結体中に残存する空孔が極めて少なくなるため、特に高密度で機械的特性に優れた焼結体を製造することができる。

【0022】

本発明のコンパウンドは、本発明の粉末冶金用金属粉末と、前記粉末冶金用金属粉末の粒子同士を結着するバインダーと、を含むことを特徴とする。

20

これにより、高密度の焼結体を製造可能なコンパウンドが得られる。

【0023】

本発明の造粒粉末は、本発明の粉末冶金用金属粉末を造粒してなることを特徴とする。

これにより、高密度の焼結体を製造可能な造粒粉末が得られる。

【0024】

本発明の焼結体は、Feが主成分であり、

Crが10質量%以上30質量%以下の割合で含まれ、

Cが0.15質量%以上1.5質量%以下の割合で含まれ、

Siが0.3質量%以上1質量%以下の割合で含まれ、

30

Zrが0.01質量%以上0.5質量%以下の割合で含まれ、

Nbが0.01質量%以上0.5質量%以下の割合で含まれ、

MnおよびNiが合計で0.05質量%以上1.6質量%以下の割合で含まれ、

Moの含有率が0.8質量%以下である粉末冶金用金属粉末を焼結して製造されたことを特徴とする。

本発明の焼結体は、Feが主成分であり、

Crが10質量%以上30質量%以下の割合で含まれ、

Cが0.15質量%以上1.5質量%以下の割合で含まれ、

Siが0.3質量%以上1質量%以下の割合で含まれ、

Zrが0.01質量%以上0.5質量%以下の割合で含まれ、

40

Nbが0.01質量%以上0.5質量%以下の割合で含まれ、

MnおよびNiが合計で0.05質量%以上1.6質量%以下の割合で含まれ、

Moの含有率が0.8質量%以下であることを特徴とする。

これにより、高密度の焼結体が得られる。

【0025】

本発明の焼結体では、相対密度が97%以上であり、かつ、表面のビッカース硬度が570以上であることが好ましい。

【0026】

これにより、目的とする形状に限りなく近い形状を有するものであるにもかかわらず、溶製材に匹敵する優れた機械的特性を有するものとなるため、ほとんど後加工を施すこと

50

なく各種の機械部品や構造部品等に適用可能な焼結体を得られる。

【発明を実施するための形態】

【0027】

以下、本発明の粉末冶金用金属粉末、コンパウンド、造粒粉末および焼結体について詳細に説明する。

〔粉末冶金用金属粉末〕

まず、本発明の粉末冶金用金属粉末について説明する。

【0028】

粉末冶金では、粉末冶金用金属粉末とバインダーとを含む組成物を、所望の形状に成形した後、脱脂・焼結することにより、所望の形状の焼結体を得ることができる。このような粉末冶金技術によれば、その他の冶金技術に比べ、複雑で微細な形状の焼結体をニアネット（最終形状に近い形状）で製造することができるという利点を有する。

【0029】

粉末冶金に用いられる粉末冶金用金属粉末としては、従来、その組成を適宜変えることにより、製造される焼結体の高密度化を図る試みがなされてきた。しかしながら、焼結体には空孔が形成され易いため、溶製材と同等の機械的特性を得るには、さらなる高密度化を図る必要があった。

【0030】

そこで、従来では、得られた焼結体に対し、さらに熱間等方加圧処理（HIP処理）等の追加処理を施すことにより、高密度化を図っていた。しかしながら、このような追加処理は、多くの手間やコストを伴うため、焼結体の用途を広げる際の足かせとなる。

【0031】

上記のような問題に鑑み、本発明者は、追加処理を施すことなく、高密度の焼結体を得るための条件について鋭意検討を重ねた。その結果、金属粉末を構成する合金の組成を最適化することにより、焼結体の高密度化が図られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0032】

具体的には、本発明の粉末冶金用金属粉末は、Feが主成分であり、Crが10質量%以上30質量%以下の割合で含まれ、Cが0.15質量%以上1.5質量%以下の割合で含まれ、Siが0.3質量%以上1質量%以下の割合で含まれ、Zrが0.01質量%以上0.5質量%以下の割合で含まれ、Nbが0.01質量%以上0.5質量%以下の割合で含まれ、MnおよびNiが合計で0.05質量%以上1.6質量%以下の割合で含まれている金属粉末である。このような金属粉末によれば、合金組成の最適化が図られた結果、焼結時の緻密化を特に高めることができる。その結果、追加処理を施すことなく、高密度の焼結体を製造することができる。

【0033】

そして、焼結体の高密度化が図られることで、機械的特性に優れた焼結体を得られることになる。このような焼結体は、例えば機械部品や構造部品といった外力（荷重）が加わる用途にも幅広く適用可能なものとなる。

【0034】

以下、本発明の粉末冶金用金属粉末の合金組成についてさらに詳述する。なお、以下の説明では、粉末冶金用金属粉末を単に「金属粉末」ということもある。

【0035】

Cr（クロム）は、製造される焼結体に耐食性を付与する元素であり、Crを含む金属粉末を用いることで、長期にわたって高い機械的特性を維持し得る焼結体を得られる。

【0036】

金属粉末におけるCrの含有率は、10質量%以上30質量%以下とされるが、好ましくは10.5質量%以上20質量%以下とされ、より好ましくは11質量%以上18質量%以下とされる。Crの含有率が前記下限値を下回ると、全体の組成によっては、製造される焼結体の耐食性が不十分になる。一方、Crの含有率が前記上限値を上回ると、全体

10

20

30

40

50

の組成によっては、焼結性が低下し、焼結体の高密度化が困難になる。

【0037】

C（炭素）は、後述するZrやNbと併用されることで、焼結性を特に高めることができる。具体的には、ZrやNbは、それぞれがCと結合することにより、ZrCやNbC等の炭化物を生成する。このZrCやNbCといった炭化物が分散して析出することにより、結晶粒の著しい成長を防止する効果が生じる。このような効果が得られる明確な理由は不明であるが、理由の1つとして、分散した析出物が障害となって結晶粒の著しい成長を阻害するため、結晶粒のサイズのバラツキが抑えられることが考えられる。これにより、焼結体中に空孔が生じ難くなるとともに、結晶粒の肥大化が防止されるため、高密度でかつ機械的特性の高い焼結体を得られる。

10

【0038】

金属粉末におけるCの含有率は、0.15質量%以上1.5質量%以下とされるが、好ましくは0.35質量%以上1.15質量%以下とされ、より好ましくは0.4質量%以上1.1質量%以下とされる。Cの含有率が前記下限値を下回ると、全体の組成によっては、結晶粒が著しく成長し易くなり、焼結体の機械的特性が不十分になる。一方、Cの含有率が前記上限値を上回ると、全体の組成によっては、Cが多くなり過ぎるため、かえって焼結性が低下する。

【0039】

Si（ケイ素）は、製造される焼結体に耐食性および高い機械的特性を付与する元素であり、Siを含む金属粉末を用いることで、長期にわたって高い機械的特性を維持し得る焼結体を得られる。

20

【0040】

金属粉末におけるSiの含有率は、0.3質量%以上0.9質量%以下とされるが、好ましくは0.4質量%以上0.85質量%以下とされ、より好ましくは0.5質量%以上0.8質量%以下とされる。Siの含有率が前記下限値を下回ると、全体の組成によっては、Siを添加する効果が希薄になるため、製造される焼結体の耐食性や機械的特性が低下する。一方、Siの含有率が前記上限値を上回ると、全体の組成によっては、Siが多くなり過ぎるため、かえって耐食性や機械的特性が低下する。

【0041】

Zr（ジルコニウム）は、Feに対して固溶し低融点相を形成するが、この低融点相は金属粉末の焼結時において速やかな原子拡散をもたらす。そして、この原子拡散が駆動力となって金属粉末の粒子間距離が急速に縮まり、粒子間にネックを形成する。その結果、成形体の緻密化が進行し、速やかに焼結する。

30

【0042】

一方、Zrの原子半径は、Feの原子半径に比べてやや大きい。具体的には、Feの原子半径は約0.117nmであり、Zrの原子半径は約0.145nmである。このため、ZrはFeに対して固溶するものの、完全な固溶には至らず、一部のZrはZrC等のZr炭化物として析出する。このため、この析出したZr炭化物が結晶粒の著しい成長を阻害する。その結果、前述したように、焼結体中に空孔が生じ難くなるとともに、結晶粒の肥大化が防止され、高密度でかつ機械的特性の高い焼結体を得られる。

40

【0043】

加えて、詳しくは後述するが、析出したZr炭化物が結晶粒界において酸化ケイ素の集積を促進し、その結果、結晶粒の肥大化を抑えつつ、焼結の促進と高密度化とが図られる。

【0044】

また、Zrはフェライト生成元素であるため、体心立方格子相を析出させる。この体心立方格子相は、他の結晶格子相に比べて焼結性に優れているため、焼結体の高密度化に寄与する。

【0045】

また、Zrは、金属粉末に酸化物として含まれている酸素を除去する脱酸剤として作用

50



する。このため、焼結性低下の一因となっている酸素の含有量を低下させることができ、焼結体の高密度化をさらに高めることができる。

【0046】

金属粉末におけるZrの含有率は、0.01質量%以上0.5質量%以下とされるが、好ましくは0.03質量%以上0.2質量%以下とされ、より好ましくは0.05質量%以上0.1質量%以下とされる。Zrの含有率が前記下限値を下回ると、全体の組成によっては、Zrを添加する効果が希薄になるため、製造される焼結体の高密度化が不十分になる。一方、Zrの含有率が前記上限値を上回ると、全体の組成によっては、Zrが多くなり過ぎるため、かえって高密度化が損なわれる。

【0047】

Nb(ニオブ)も、その原子半径は、Feの原子半径に比べてやや大きい、Zrの原子半径よりはわずかに小さい。具体的には、Feの原子半径は約0.117nmであり、Nbの原子半径は約0.134nmである。このため、一部のNbはNbC等のNb炭化物として析出する。したがって、焼結の際には、Zr炭化物とNb炭化物がそれぞれ析出し、それらの析出物が結晶粒の著しい成長を阻害するとともに、結晶粒界において酸化ケイ素の集積を促進すると考えられる。

【0048】

一方、このようなZr炭化物やNb炭化物の析出は、Nb炭化物の析出よりも、Zr炭化物の析出の方が、より低温領域において始まる。この理由は明確ではないが、ZrとNbの原子半径の差が関与していると考えられる。そして、このように炭化物が析出する温度領域が異なることで、金属粉末が焼結する際、Nb炭化物の析出による効果とZr炭化物の析出による効果が発現するタイミングがずれると推測される。このように炭化物が析出するタイミングがずれることにより、空孔の生成が抑えられ、緻密な焼結体を得られるものと考えられる。すなわち、Nb炭化物とZr炭化物の双方が存在していることにより、高密度化を図りつつ、結晶粒の肥大化を抑制することが可能になると考えられる。

【0049】

金属粉末におけるNbの含有率は、0.01質量%以上0.5質量%以下とされるが、好ましくは0.03質量%以上0.2質量%以下とされ、より好ましくは0.05質量%以上0.1質量%以下とされる。Nbの含有率が前記下限値を下回ると、全体の組成によっては、Nbを添加する効果が希薄になるため、製造される焼結体の高密度化が不十分になる。一方、Nbの含有率が前記上限値を上回ると、全体の組成によっては、Nbが多くなり過ぎるため、かえって高密度化が損なわれる。

【0050】

なお、Nbの含有率に対するZrの含有率の比率をZr/Nbとしたとき、Zr/Nbは0.3以上3以下であるのが好ましく、0.5以上2以下であるのがより好ましい。Zr/Nbを前記範囲内に設定することにより、Nb炭化物の析出とZr炭化物の析出のタイミングのずれを最適化することができる。これにより、成形体中に残存する空孔を内側から順次掃き出すようにして排出することができるので、焼結体中に生じる空孔を最小限に抑えることができる。したがって、Zr/Nbを前記範囲内に設定することで、高密度で機械的特性に優れた焼結体を製造可能な金属粉末を得ることができる。

【0051】

また、Zrの含有率とNbの含有率は、それぞれ前述した通りであるが、これらの合計については0.05質量%以上0.6質量%以下であるのが好ましく、0.10質量%以上0.48質量%以下であるのがより好ましく、0.12質量%以上0.24質量%以下であるのがさらに好ましい。Zrの含有率とNbの含有率の合計を前記範囲内に設定することで、製造される焼結体の高密度化が必要かつ十分なものとなる。

【0052】

また、Siの含有率に対するZrの含有率とNbの含有率の合計の比率を(Zr+Nb)/Siとしたとき、(Zr+Nb)/Siは0.1以上0.7以下であるのが好ましく、0.15以上0.6以下であるのがより好ましく、0.17以上0.5以下であるのが

10

20

30

40

50

さらに好ましい。(Zr + Nb) / Siを前記範囲内に設定することで、Siを添加した場合の靱性の低下等が、ZrおよびNbの添加によって十分に補われる。その結果、高密度であるにもかかわらず、靱性といった機械的特性に優れ、かつ、Siに由来する耐食性にも優れた焼結体を製造可能な金属粉末が得られる。

#### 【0053】

加えて、ZrおよびNbが適量添加されることにより、焼結体中の結晶粒界において、前述したようなZr炭化物およびZr酸化物、ならびに、前述したようなNb炭化物およびNb酸化物(以下、これらをまとめて「Zr炭化物等」という。)が「核」となり、酸化ケイ素の集積が起こると考えられる。酸化ケイ素が結晶粒界に集積することにより、結晶内部の酸化物濃度が低下するため、焼結の促進が図られる。その結果、焼結体の高密度化がさらに促進されるものと考えられる。

10

#### 【0054】

さらには、析出した酸化ケイ素は、集積する過程において結晶粒界の三重点に移動し易いので、この点での結晶成長が抑制される(ピン留め効果)。その結果、結晶粒の著しい成長が抑制され、より微細な結晶を有する焼結体 that 得られる。このような焼結体は、機械的特性が特に高いものとなる。

#### 【0055】

また、集積した酸化ケイ素は、前述したように結晶粒界の三重点に位置し易く、そのため、粒状に成形される傾向にある。したがって、焼結体には、このような粒状をなし、酸化ケイ素の含有率が相対的に高い第1領域と、第1領域よりも酸化ケイ素の含有率が相対的に低い第2領域と、が形成される。第1領域が存在することで、前述したような、結晶内部の酸化物濃度の低下と、結晶粒の著しい成長の抑制とが図られる。

20

#### 【0056】

なお、第1領域および第2領域について、それぞれ電子線マイクロアナライザー(EPMA)による定性定量分析を行うと、第1領域では、O(酸素)が主元素となっている一方、第2領域では、Feが主元素となる。前述したように、第1領域は、主に結晶粒界に存在する一方、第2領域は、結晶内部に存在する。そこで、第1領域において、OおよびSiの2元素の含有率の和とFeの含有率とを比較すると、2元素の含有率の和はFeの含有率より多くなっている。一方、第2領域では、OおよびSiの2元素の含有率の和は、Feの含有率より圧倒的に小さい。これらのことから、第1領域では、SiおよびOの集積が図られていることがわかる。具体的には、第1領域では、Siの含有率とOの含有率との和は、Feの含有率の1.5倍以上になっているのが好ましい。また、第1領域におけるSiの含有率は、第2領域におけるSiの含有率の3倍以上になっているのが好ましい。

30

#### 【0057】

さらに、組成比によって異なる場合もあるが、Zrの含有率およびNbの含有率の少なくとも一方は、第1領域>第2領域の関係を満足する。このことから、第1領域において、前述したZr炭化物等が、酸化ケイ素が集積する際の核になっていることを示している。具体的には、第1領域におけるZrの含有率は、第2領域におけるZrの含有率の3倍以上になっているのが好ましい。

40

#### 【0058】

なお、上述したような酸化ケイ素の集積は、焼結体の緻密化の原因と1つと考えられる。したがって、本発明により高密度化が図られた焼結体であっても、組成比によっては、酸化ケイ素が集積していない場合もあると考えられる。

#### 【0059】

また、粒状をなす第1領域の直径は、焼結体全体におけるSi含有率に応じて異なるものの、0.05 μm以上15 μm以下程度とされ、好ましくは0.1 μm以上10 μm以下程度とされる。これにより、酸化ケイ素の集積に伴う焼結体の機械的特性の低下を抑えつつ、焼結体の高密度化を十分に促進させることができる。

#### 【0060】

50

なお、第1領域の直径は、焼結体の断面の電子顕微鏡写真において、濃淡から特定される第1領域の面積と同じ面積を持つ円の直径(円相当径)の平均値として求めることができる。平均値を求める際には10個以上の測定値が用いられる。

【0061】

さらには、Cの含有率に対するZrの含有率とNbの含有率の合計の比率を $(Zr + Nb) / C$ としたとき、 $(Zr + Nb) / C$ は0.05以上0.7以下であるのが好ましく、0.1以上0.5以下であるのがより好ましく、0.13以上0.35以下であるのがさらに好ましい。 $(Zr + Nb) / C$ を前記範囲内に設定することで、Cを添加した場合の硬度の上昇および靱性の低下と、ZrおよびNbの添加によってもたらされる高密度化とを両立させることができる。その結果、引張強さや靱性といった機械的特性に優れた焼結体を製造可能な金属粉末が得られる。

10

【0062】

Mnは、Siと同様、製造される焼結体に耐食性および高い機械的特性を付与する元素である。

【0063】

金属粉末におけるMnの含有率は、0.01質量%以上1.25質量%以下であるのが好ましく、0.03質量%以上0.3質量%以下であるのがより好ましく、0.05質量%以上0.2質量%以下であるのがさらに好ましい。Mnの含有率を前記範囲内に設定することで、高密度で機械的特性に優れた焼結体を得られる。

【0064】

20

なお、Mnの含有率が前記下限値を下回ると、全体の組成によっては、製造される焼結体の耐食性や機械的特性を十分に高められないおそれがあり、一方、Mnの含有率が前記上限値を上回ると、かえって耐食性や機械的特性が低下するおそれがある。

【0065】

Niは、やはり、製造される焼結体に耐食性や耐熱性を付与する元素である。

金属粉末におけるNiの含有率は、0.05質量%以上0.6質量%以下であるのが好ましく、0.06質量%以上0.4質量%以下であるのがより好ましく、0.07質量%以上0.25質量%以下であるのがさらに好ましい。Niの含有率を前記範囲内に設定することで、長期にわたって機械的特性に優れた焼結体を得られる。

【0066】

30

なお、Niの含有率が前記下限値を下回ると、全体の組成によっては、製造される焼結体の耐食性や耐熱性を十分に高められないおそれがあり、一方、Niの含有率が前記上限値を上回ると、かえって耐食性や耐熱性が低下するおそれがある。

【0067】

また、MnおよびNiは、合計で0.05質量%以上1.6質量%以下の割合で含まれる。これにより、焼結体の機械的特性を特に高めることができる。なお、Mnの含有率とNiの含有率の合計は、0.08質量%以上1.3質量%以下であるのが好ましく、0.1質量%以上1質量%以下であるのがより好ましい。また、MnおよびNiは、その含有率の合計が前記範囲内であればよく、いずれか一方の含有率が0であってもよい。

【0068】

40

本発明の粉末冶金用金属粉末は、これらの元素の他、必要に応じてMo、Pb、SおよびAlのうちの少なくとも1種を含んでいてもよい。なお、これらの元素は、不可避免的に含まれる場合もある。

【0069】

Moは、製造される焼結体の耐食性を強化する元素である。

金属粉末におけるMoの含有率は、0.2質量%以上0.8質量%以下であるのが好ましく、0.3質量%以上0.6質量%以下であるのがより好ましい。Moの含有率を前記範囲内に設定することで、製造される焼結体の耐食性をより強化することができる。

【0070】

Pbは、製造される焼結体の被削性を高める元素である。

50

金属粉末におけるPbの含有率は、0.03質量%以上0.5質量%以下であるのが好ましく、0.05質量%以上0.3質量%以下であるのがより好ましい。Pbの含有率を前記範囲内に設定することで、製造される焼結体の被削性をより高めることができる。

【0071】

Sは、製造される焼結体の被削性を高める元素である。

金属粉末におけるSの含有率は、特に限定されないが、0.5質量%以下であるのが好ましく、0.01質量%以上0.3質量%以下であるのがより好ましい。Sの含有率を前記範囲内に設定することで、製造される焼結体の密度の大幅な低下を招くことなく、製造される焼結体の被削性をより高めることができる。

【0072】

Alは、製造される焼結体の耐酸化性を高める元素である。

金属粉末におけるAlの含有率は、特に限定されないが、0.5質量%以下であるのが好ましく、0.05質量%以上0.3質量%以下であるのがより好ましい。Alの含有率を前記範囲内に設定することで、製造される焼結体の密度の大幅な低下を招くことなく、製造される焼結体の耐酸化性をより高めることができる。

【0073】

この他、本発明の粉末冶金用金属粉末には、さらに、不純物が含まれていてもよい。不純物としては、上述したFe、Cr、C、Si、Zr、Nb、Mn、Ni、Mo、Pb、S、Al以外の全ての元素が挙げられ、具体的には、例えば、Li、Be、B、N、Na、Mg、P、K、Ca、Sc、Ti、V、Co、Zn、Ga、Ge、Y、Pd、Ag、In、Sn、Sb、Hf、Ta、W、Os、Ir、Pt、Au、Bi等が挙げられる。これらの不純物の混入量は、各々の元素がFe、Cr、C、Si、ZrおよびNbの各含有量よりも少なくなるように設定されているのが好ましい。また、これらの不純物の混入量は、各々の元素が0.03質量%未満となるように設定されるのが好ましく、0.02質量%未満となるように設定されるのがより好ましい。また、合計でも0.3質量%未満とされるのが好ましく、0.2質量%未満とされるのがより好ましい。なお、これらの元素は、その含有率が前記範囲内であれば、前述したような効果が阻害されないの、意図的に添加されていてもよい。

【0074】

一方、O（酸素）も、意図的に添加されたり不可避免的に混入したりしてもよいが、その量は0.8質量%以下程度であるのが好ましく、0.5質量%以下程度であるのがより好ましい。金属粉末中の酸素量をこの程度に収めることで、焼結性が高くなり、より高密度で機械的特性に優れた焼結体が得られる。なお、下限値は特に設定されないが、量産容易性等の観点から0.03質量%以上であるのが好ましい。

【0075】

また、本発明の粉末冶金用金属粉末は、実質的にCuを含まないことが好ましい。明確な理由は不明であるが、Cuを含むことにより、全体の組成によっては、ZrやNbがもたらす前述したような効果が希薄になるおそれがあることが見出されたことによる。具体的には、Cuの含有率を0.02質量%未満にするのが好ましく、0.01質量%未満にするのがより好ましい。

【0076】

Feは、本発明の粉末冶金用金属粉末のうち含有率が最も高い成分（主成分）であり、焼結体の特性に大きな影響を及ぼす。かかるFeの含有率は50質量%以上である。

【0077】

なお、粉末冶金用金属粉末の組成比は、例えば、JIS G 1257に規定された原子吸光法、JIS G 1258に規定されたICP発光分析法、JIS G 1253に規定されたスパーク発光分析法、JIS G 1256に規定された蛍光X線分析法、JIS G 1211～G 1237に規定された重量・滴定・吸光光度法等により特定することができる。具体的には、例えばSPECTRO社製固体発光分光分析装置（スパーク発光分析装置、モデル：SPECTROLAB、タイプ：LAVMB08A）や、（

10

20

30

40

50

株)リガク製ICP装置(CIRO S 120型)が挙げられる。

【0078】

また、C(炭素)およびS(硫黄)の特定に際しては、特に、JIS G 1211に規定された酸素気流燃焼(高周波誘導加熱炉燃焼)-赤外線吸収法も用いられる。具体的には、LECO社製炭素・硫黄分析装置、CS-200が挙げられる。

【0079】

さらに、N(窒素)およびO(酸素)の特定に際しては、特に、JIS G 1228に規定された鉄および鋼の窒素定量方法、JIS Z 2613に規定された金属材料の酸素定量方法も用いられる。具体的には、LECO社製酸素・窒素分析装置、TC-300/EF-300が挙げられる。

10

【0080】

また、本発明の粉末冶金用金属粉末は、マルテンサイト系ステンレス鋼の結晶構造を有しているのが好ましい。マルテンサイト系ステンレス鋼の結晶構造は、CやNが過飽和に固溶した体心立方格子であるため、通常の体心立方格子に比べてやや歪んだ状態になっている。このため、かかる結晶構造を有する粉末冶金用金属粉末は、この結晶構造の歪みを反映した高硬度の焼結体を製造し得るものとなる。

【0081】

なお、粉末冶金用金属粉末がマルテンサイト系ステンレス鋼の結晶構造を有しているか否かは、例えばX線回折法により判定することができる。

【0082】

20

また、本発明の粉末冶金用金属粉末の平均粒径は、 $0.5\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下であるのが好ましく、 $1\mu\text{m}$ 以上 $20\mu\text{m}$ 以下であるのがより好ましく、 $2\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 以下であるのがさらに好ましい。このような粒径の粉末冶金用金属粉末を用いることにより、焼結体中に残存する空孔が極めて少なくなるため、特に高密度で機械的特性に優れた焼結体を製造することができる。

【0083】

なお、平均粒径は、レーザー回折法により得られた質量基準での累積粒度分布において、累積量が小径側から50%になるときの粒径として求められる。

【0084】

また、粉末冶金用金属粉末の平均粒径が前記下限値を下回った場合、成形し難い形状の場合、成形性が低下し、焼結密度が低下するおそれがあり、前記上限値を上回った場合、成形時に粒子間の隙間が大きくなるので、やはり焼結密度が低下するおそれがある。

30

【0085】

また、粉末冶金用金属粉末の粒度分布は、できるだけ狭いのが好ましい。具体的には、粉末冶金用金属粉末の平均粒径が前記範囲内であれば、最大粒径が $200\mu\text{m}$ 以下であるのが好ましく、 $150\mu\text{m}$ 以下であるのがより好ましい。粉末冶金用金属粉末の最大粒径を前記範囲内に制御することにより、粉末冶金用金属粉末の粒度分布をより狭くすることができ、焼結体のさらなる高密度化を図ることができる。

【0086】

なお、上記の最大粒径とは、レーザー回折法により得られた質量基準での累積粒度分布において、累積量が小径側から99.9%となるときの粒径のことをいう。

40

【0087】

また、粉末冶金用金属粉末の粒子の短径を $S[\mu\text{m}]$ とし、長径を $L[\mu\text{m}]$ としたとき、 $S/L$ で定義されるアスペクト比の平均値は、0.4以上1以下程度であるのが好ましく、0.7以上1以下程度であるのがより好ましい。このようなアスペクト比の粉末冶金用金属粉末は、その形状が比較的球形に近くなるので、成形された際の充填率が高められる。その結果、焼結体のさらなる高密度化を図ることができる。

【0088】

なお、前記長径とは、粒子の投影像においてとりうる最大長さであり、前記短径とは、その最大長さに直交する方向においてとりうる最大長さである。また、アスペクト比の平

50

均値は、100個以上の粒子について測定されたアスペクト比の値の平均値として求められる。

【0089】

また、本発明の粉末冶金用金属粉末のタップ密度は、 $3.5 \text{ g/cm}^3$ 以上であるのが好ましく、 $4 \text{ g/cm}^3$ 以上であるのがより好ましい。このようにタップ密度が大きい粉末冶金用金属粉末であれば、成形体を得る際に、粒子間の充填性が特に高くなる。このため、最終的に、特に緻密な焼結体を得ることができる。

【0090】

また、本発明の粉末冶金用金属粉末の比表面積は、特に限定されないが、 $0.1 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上であるのが好ましく、 $0.2 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上であるのがより好ましい。このように比表面積の広い粉末冶金用金属粉末であれば、表面の活性（表面エネルギー）が高くなるため、より少ないエネルギーの付与でも容易に焼結することができる。したがって、成形体を焼結する際に、成形体の内側と外側とで焼結速度の差が生じ難くなり、内側に空孔が残存して焼結密度が低下するのを抑制することができる。

【0091】

〔焼結体の製造方法〕

次に、このような本発明の粉末冶金用金属粉末を用いて焼結体を製造する方法について説明する。

【0092】

焼結体を製造する方法は、〔A〕焼結体製造用の組成物を用意する組成物調製工程と、〔B〕成形体を製造する成形工程と、〔C〕脱脂処理を施す脱脂工程と、〔D〕焼成を行う焼成工程と、を有する。以下、各工程について順次説明する。

【0093】

〔A〕組成物調製工程

まず、本発明の粉末冶金用金属粉末と、バインダーとを用意し、これらを混練機により混練し、混練物（組成物）を得る。

【0094】

この混練物（本発明のコンパウンドの実施形態）中では、粉末冶金用金属粉末が均一に分散している。

本発明の粉末冶金用金属粉末は、例えば、アトマイズ法（例えば、水アトマイズ法、ガスアトマイズ法、高速回転水流アトマイズ法等）、還元法、カルボニル法、粉碎法等の各種粉末化法により製造される。

【0095】

このうち、本発明の粉末冶金用金属粉末は、アトマイズ法により製造されたものであるのが好ましく、水アトマイズ法または高速回転水流アトマイズ法により製造されたものであるのがより好ましい。アトマイズ法は、溶融金属（溶湯）を、高速で噴射された流体（液体または気体）に衝突させることにより、溶湯を微粉化するとともに冷却して、金属粉末を製造する方法である。粉末冶金用金属粉末をこのようなアトマイズ法によって製造することにより、極めて微小な粉末を効率よく製造することができる。また、得られる粉末の粒子形状が表面張力の作用により球形状に近くなる。このため、成形した際に充填率の高いものが得られる。すなわち、高密度な焼結体を製造可能な粉末を得ることができる。

【0096】

なお、アトマイズ法として、水アトマイズ法を用いた場合、溶融金属に向けて噴射される水（以下、「アトマイズ水」という。）の圧力は、特に限定されないが、好ましくは $75 \text{ MPa}$ 以上 $120 \text{ MPa}$ 以下（ $750 \text{ kgf/cm}^2$ 以上 $1200 \text{ kgf/cm}^2$ 以下）程度とされ、より好ましくは、 $90 \text{ MPa}$ 以上 $120 \text{ MPa}$ 以下（ $900 \text{ kgf/cm}^2$ 以上 $1200 \text{ kgf/cm}^2$ 以下）程度とされる。

【0097】

また、アトマイズ水の水温も、特に限定されないが、好ましくは $1$ 以上 $20$ 以下程度とされる。

## 【0098】

さらに、アトマイズ水は、溶湯の落下経路上に頂点を有し、外径が下方に向かって漸減するような円錐状に噴射される場合が多い。この場合、アトマイズ水が形成する円錐の頂角は、 $10^{\circ}$ 以上 $40^{\circ}$ 以下程度であるのが好ましく、 $15^{\circ}$ 以上 $35^{\circ}$ 以下程度であるのがより好ましい。これにより、前述したような組成の粉末冶金用金属粉末を、確実に製造することができる。

## 【0099】

また、水アトマイズ法（特に高速回転水流アトマイズ法）によれば、とりわけ速く溶湯を冷却することができる。このため、広い合金組成において高品質な粉末が得られる。

## 【0100】

また、アトマイズ法において溶湯を冷却する際の冷却速度は、 $1 \times 10^4$  / s 以上であるのが好ましく、 $1 \times 10^5$  / s 以上であるのがより好ましい。このような急速な冷却により、例えばマルテンサイト系ステンレス鋼の結晶構造を有する粉末冶金用金属粉末の場合、残留オーステナイトの比率を抑えられるため、特性のパラツキが少ない粉末が得られる。その結果、高品質な焼結体を得ることができる。

## 【0101】

なお、このようにして得られた粉末冶金用金属粉末に対し、必要に応じて、分級を行ってもよい。分級の方法としては、例えば、ふるい分け分級、慣性分級、遠心分級のような乾式分級、沈降分級のような湿式分級等が挙げられる。

## 【0102】

一方、バインダーとしては、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン - 酢酸ビニル共重合体等のポリオレフィン、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート等のアクリル系樹脂、ポリスチレン等のスチレン系樹脂、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリアミド、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリエステル、ポリエーテル、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドンまたはこれらの共重合体等の各種樹脂や、各種ワックス、パラフィン、高級脂肪酸（例：ステアリン酸）、高級アルコール、高級脂肪酸エステル、高級脂肪酸アミド等の各種有機バインダーが挙げられ、これらのうち1種または2種以上を混合して用いることができる。

## 【0103】

このうち、バインダーとしては、ポリオレフィンを主成分とするものが好ましい。ポリオレフィンは、還元性ガスによる分解性が比較的高い。このため、ポリオレフィンをバインダーの主成分として用いた場合、より短時間で確実に成形体の脱脂を行うことができる。

## 【0104】

また、バインダーの含有率は、混練物全体の2質量%以上20質量%以下程度であるのが好ましく、5質量%以上10質量%以下程度であるのがより好ましい。バインダーの含有率が前記範囲内であることにより、成形性よく成形体を形成することができるとともに、密度を高め、成形体の形状の安定性等を特に優れたものとすることができる。また、これにより、成形体と脱脂体との大きさの差、いわゆる収縮率を最適化して、最終的に得られる焼結体の寸法精度の低下を防止することができる。すなわち、高密度でかつ寸法精度の高い焼結体を得ることができる。

## 【0105】

また、混練物中には、必要に応じて、可塑剤が添加されていてもよい。この可塑剤としては、例えば、フタル酸エステル（例：DOP、DEP、DBP）、アジピン酸エステル、トリメリット酸エステル、セバシン酸エステル等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

## 【0106】

さらに、混練物中には、粉末冶金用金属粉末、バインダー、可塑剤の他に、例えば、滑剤、酸化防止剤、脱脂促進剤、界面活性剤等の各種添加物が必要に応じて添加されていてもよい。

## 【0107】

なお、混練条件は、用いる粉末冶金用金属粉末の金属組成や粒径、バインダーの組成、およびこれらの配合量等の諸条件により異なるが、その一例を挙げれば、混練温度：50以上200以下程度、混練時間：15分以上210分以下程度とすることができる。

## 【0108】

また、混練物は、必要に応じ、ペレット（小塊）化される。ペレットの粒径は、例えば、1mm以上15mm以下程度とされる。

## 【0109】

なお、後述する成形方法によっては、混練物に代えて、造粒粉末を製造するようにしてもよい。

造粒粉末は、金属粉末に造粒処理を施すことにより、複数個の金属粒子同士をバインダーで結着してなるものである。

## 【0110】

造粒粉末の製造に用いられるバインダーとしては、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン-酢酸ビニル共重合体等のポリオレフィン、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート等のアクリル系樹脂、ポリスチレン等のスチレン系樹脂、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリアミド、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリエステル、ポリエーテル、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドンまたはこれらの共重合体等の各種樹脂や、各種ワックス、パラフィン、高級脂肪酸（例：ステアリン酸）、高級アルコール、高級脂肪酸エステル、高級脂肪酸アミド等の各種有機バインダーが挙げられ、これらのうち1種または2種以上を混合して用いることができる。

## 【0111】

このうち、バインダーとしては、ポリビニルアルコールまたはポリビニルピロリドンを含むものが好ましい。これらのバインダー成分は、結着性が高いため、比較的少量であっても効率よく造粒粉末を形成することができる。また、熱分解性も高いことから、脱脂および焼成の際に、短時間で確実に分解、除去することが可能になる。

## 【0112】

また、バインダーの含有率は、造粒粉末全体の0.2質量%以上10質量%以下程度であるのが好ましく、0.3質量%以上5質量%以下程度であるのがより好ましく、0.3質量%以上2質量%以下であるのがさらに好ましい。バインダーの含有率が前記範囲内であることにより、著しく大きな粒子が造粒されたり、造粒されていない金属粒子が残存してしまうのを確実に防止しつつ、造粒粉末を効率よく形成することができる。また、成形性が向上するため、成形体の形状の安定性等を特に優れたものとすることができる。また、バインダーの含有率を前記範囲内としたことにより、成形体と脱脂体との大きさの差、いわゆる収縮率を最適化して、最終的に得られる焼結体の寸法精度の低下を防止することができる。

## 【0113】

さらに、造粒粉末中には、必要に応じて、可塑剤、滑剤、酸化防止剤、脱脂促進剤、界面活性剤等の各種添加物が添加されていてもよい。

## 【0114】

一方、造粒処理としては、例えば、スプレードライ（噴霧乾燥）法、転動造粒法、流動層造粒法、転動流動造粒法等が挙げられる。

なお、造粒処理では、必要に応じて、バインダーを溶解する溶媒が用いられる。かかる溶媒としては、例えば、水、四塩化炭素のような無機溶媒や、ケトン系溶媒、アルコール系溶媒、エーテル系溶媒、セロソルブ系溶媒、脂肪族炭化水素系溶媒、芳香族炭化水素系溶媒、芳香族複素環化合物系溶媒、アミド系溶媒、ハロゲン化合物系溶媒、エステル系溶媒、アミン系溶媒、ニトリル系溶媒、ニトロ系溶媒、アルデヒド系溶媒のような有機溶媒等が挙げられ、これらから選択される1種または2種以上の混合物が用いられる。

## 【0115】



造粒粉末の平均粒径は、特に限定されないが、 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $200\text{ }\mu\text{m}$ 以下程度であるのが好ましく、 $20\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $100\text{ }\mu\text{m}$ 以下程度であるのがより好ましく、 $25\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $60\text{ }\mu\text{m}$ 以下程度であるのがより好ましい。このような粒径の造粒粉末は、良好な流動性を有し、成型型の形状をより忠実に反映させ得るものとなる。

【0116】

[B] 成型工程

次に、混練物または造粒粉末を成型して、目的の焼結体と同形状の成型体を製造する。

【0117】

成型体の製造方法（成型方法）としては、特に限定されず、例えば、圧粉成型（圧縮成型）法、金属粉末射出成型（MIM：Metal Injection Molding）法、押出成型法等の各種成型法を用いることができる。

10

【0118】

このうち、圧粉成型法の場合の成型条件は、用いる粉末冶金用金属粉末の組成や粒径、バインダーの組成、およびこれらの配合量等の諸条件によって異なるが、成型圧力が $200\text{ MPa}$ 以上 $1000\text{ MPa}$ 以下（ $2\text{ t/cm}^2$ 以上 $10\text{ t/cm}^2$ 以下）程度であるのが好ましい。

【0119】

また、金属粉末射出成型法の場合の成型条件は、諸条件によって異なるものの、材料温度が $80$ 以上 $210$ 以下程度、射出圧力が $50\text{ MPa}$ 以上 $500\text{ MPa}$ 以下（ $0.5\text{ t/cm}^2$ 以上 $5\text{ t/cm}^2$ 以下）程度であるのが好ましい。

20

【0120】

また、押出成型法の場合の成型条件は、諸条件によって異なるものの、材料温度が $80$ 以上 $210$ 以下程度、押出圧力が $50\text{ MPa}$ 以上 $500\text{ MPa}$ 以下（ $0.5\text{ t/cm}^2$ 以上 $5\text{ t/cm}^2$ 以下）程度であるのが好ましい。

【0121】

このようにして得られた成型体は、金属粉末の複数の粒子の間隙に、バインダーが一様に分布した状態となる。

【0122】

なお、作製される成型体の形状寸法は、以降の脱脂工程および焼成工程における成型体の収縮分を見込んで決定される。

30

【0123】

[C] 脱脂工程

次に、得られた成型体に脱脂処理（脱バインダー処理）を施し、脱脂体を得る。

【0124】

具体的には、成型体を加熱して、バインダーを分解することにより、成型体中からバインダーを除去して、脱脂処理がなされる。

【0125】

この脱脂処理は、例えば、成型体を加熱する方法、バインダーを分解するガスに成型体を曝す方法等が挙げられる。

【0126】

40

成型体を加熱する方法を用いる場合、成型体の加熱条件は、バインダーの組成や配合量によって若干異なるものの、温度 $100$ 以上 $750$ 以下 $\times 0.1$ 時間以上 $20$ 時間以下程度であるのが好ましく、 $150$ 以上 $600$ 以下 $\times 0.5$ 時間以上 $15$ 時間以下程度であるのがより好ましい。これにより、成型体を焼結させることなく、成型体の脱脂を必要かつ十分に行うことができる。その結果、脱脂体の内部にバインダー成分が多量に残留してしまうのを確実に防止することができる。

【0127】

また、成型体を加熱する際の雰囲気は、特に限定されず、水素のような還元性ガス雰囲気、窒素、アルゴンのような不活性ガス雰囲気、大気のような酸化性ガス雰囲気、またはこれらの雰囲気を減圧した減圧雰囲気等が挙げられる。

50

## 【 0 1 2 8 】

一方、バインダーを分解するガスとしては、例えば、オゾンガス等が挙げられる。

なお、このような脱脂工程は、脱脂条件の異なる複数の過程（ステップ）に分けて行うことにより、成形体中のバインダーをより速やかに、そして、成形体に残存させないように分解・除去することができる。

## 【 0 1 2 9 】

また、必要に応じて、脱脂体に対して切削、研磨、切断等の機械加工を施すようにしてもよい。脱脂体は、硬度が比較的 low、かつ比較的可塑性に富んでいるため、脱脂体の形状が崩れるのを防止しつつ、容易に機械加工を施すことができる。このような機械加工によれば、最終的に寸法精度の高い焼結体を容易に得ることができる。

10

## 【 0 1 3 0 】

## 〔 D 〕 焼成工程

前記工程〔 C 〕で得られた脱脂体を、焼成炉で焼成して焼結体を得る。

## 【 0 1 3 1 】

この焼結により、粉末冶金用金属粉末は、粒子同士の界面で拡散が生じ、焼結に至る。この際、前述したようなメカニズムによって、脱脂体が速やかに焼結される。その結果、全体的に緻密な高密度の焼結体を得られる。

## 【 0 1 3 2 】

焼成温度は、成形体および脱脂体の製造に用いた粉末冶金用金属粉末の組成や粒径等によって異なるが、一例として 980 以上 1330 以下程度とされる。また、好ましくは 1050 以上 1260 以下程度とされる。

20

## 【 0 1 3 3 】

また、焼成時間は、0.2 時間以上 7 時間以下とされるが、好ましくは 1 時間以上 6 時間以下程度とされる。

## 【 0 1 3 4 】

なお、焼成工程においては、途中で焼結温度や後述する焼成雰囲気を変化させるようにしてもよい。

## 【 0 1 3 5 】

焼成条件をこのような範囲に設定することにより、焼結が進み過ぎて過焼結となり、結晶組織が肥大化するのを防止しつつ、脱脂体全体を十分に焼結させることができる。その結果、高密度であり、かつ特に機械的特性に優れた焼結体を得ることができる。

30

## 【 0 1 3 6 】

また、焼成温度が比較的低温であることから、焼成炉による加熱温度を一定に制御し易く、したがって、脱脂体の温度も一定になり易い。その結果、より均質な焼結体を製造することができる。

## 【 0 1 3 7 】

さらには、前述したような焼成温度は、一般的な焼成炉で十分に実現可能な焼成温度であるため、安価な焼成炉が利用可能であるとともに、ランニングコストも抑えることができる。換言すれば、前記焼成温度を超える場合には、特殊な耐熱材料を用いた高価な焼成炉を利用する必要があり、しかもランニングコストも高くなるおそれがある。

40

## 【 0 1 3 8 】

また、焼成の際の雰囲気は、特に限定されないが、金属粉末の著しい酸化を防止することを考慮した場合、水素のような還元性ガス雰囲気、アルゴンのような不活性ガス雰囲気、またはこれらの雰囲気を減圧した減圧雰囲気等が好ましく用いられる。

## 【 0 1 3 9 】

このようにして得られた焼結体は、高密度で機械的特性に優れたものとなる。すなわち、本発明の粉末冶金用金属粉末とバインダーとを含む組成物を、成形した後、脱脂・焼結して製造された焼結体は、従来の金属粉末を焼結してなる焼結体に比べて相対密度が高くなる。よって、本発明であれば、HIP 処理のような追加処理を施さなければ到達し得なかった高密度の焼結体を、追加処理なしに実現することができる。

50

## 【0140】

具体的には、本発明によれば、粉末冶金用金属粉末の組成によって若干異なるものの、一例として従来よりも2%以上の相対密度の向上が期待できる。

## 【0141】

その結果、得られた焼結体の相対密度は、一例として97%以上になることが期待できる（好ましくは98%以上、より好ましくは98.5%以上）。このような範囲の相対密度を有する焼結体は、粉末冶金技術を利用することで目的とする形状に限りなく近い形状を有するものであるにもかかわらず、溶製材に匹敵する優れた機械的特性を有するものとなるため、ほとんど後加工を施すことなく各種の機械部品や構造部品等に適用可能なものとなる。

10

## 【0142】

また、本発明の粉末冶金用金属粉末とバインダーとを含む組成物を、成形した後、脱脂・焼結して製造された焼結体は、その引張強さや0.2%耐力が、従来の金属粉末を用いて同様に焼結してなる焼結体の引張強さや0.2%耐力よりも大きくなる。これは、合金組成を最適化したことにより、金属粉末の焼結性を高め、これにより機械的特性が向上したためと考えられる。

## 【0143】

また、上述したようにして製造された焼結体は、その表面が高硬度のものとなる。具体的には、粉末冶金用金属粉末の組成によって若干異なるものの、一例として表面のビッカース硬度が570以上1200以下になることが期待される。また、好ましくは600以上1000以下になることが期待される。このような硬度を有する焼結体は、特に高い耐久性を有するものとなる。

20

## 【0144】

なお、追加処理を施さなくても、焼結体は十分に高い密度と機械的特性とを有しているが、さらなる高密度化および機械的特性の向上を図るために、各種の追加処理を施すようにしてもよい。

## 【0145】

この追加処理としては、例えば、前述したHIP処理のような高密度化を図る追加処理であってもよく、各種焼き入れ処理、各種サブゼロ処理、各種焼き戻し処理等であってもよいが、これらの追加処理を単独で行うようにしてもよく、複数を組み合わせて行うようにしてもよい。

30

## 【0146】

このうち、焼き入れ処理では、焼結体に対し、980以上1200以下程度、0.2時間以上3時間以下程度の加熱を行った後、急冷する処理を行う。これにより、粉末冶金用金属粉末の組成によっても異なるが、オーステナイトの結晶構造をマルテンサイトの結晶構造に変化させることができる。したがって、この処理は、例えばマルテンサイト系ステンレス鋼の結晶構造を含む焼結体を製造する際に好適に用いられる。

なお、焼き入れ処理における急冷には、水冷、油冷等が用いられる。

## 【0147】

また、サブゼロ処理は、焼き入れ処理においてマルテンサイトの結晶構造に変化せず、残留したオーステナイトの結晶構造を、冷却によってマルテンサイト化する処理のことである。残留したオーステナイトの結晶構造は、時間の経過とともにマルテンサイト化することが多いが、このとき、焼結体の体積変化を伴うため、経時的に焼結体の寸法が変化してしまうという不具合を伴う。そこで、焼き入れ処理後にサブゼロ処理を行うことで、残留したオーステナイトの結晶構造を半ば強制的にマルテンサイト化することができ、経時的な寸法変化という不具合の発生を予防することができる。

40

## 【0148】

焼結体の冷却には、例えばドライアイスや炭酸ガス、液体窒素等を用いる。

サブゼロ処理の温度は0以下程度、時間は0.2時間以上3時間以下程度であるのが好ましい。

50

## 【 0 1 4 9 】

また、焼き戻し処理は、焼き入れ処理後の焼結体に対して、焼き入れ処理よりも低温で再び加熱する処理のことである。これにより、焼結体の硬度を下げつつ靱性を付与することができる。

## 【 0 1 5 0 】

焼き戻し処理の温度は 1 0 0 以上 2 0 0 以下程度、時間は 0 . 3 時間以上 5 時間以下程度であるのが好ましい。

## 【 0 1 5 1 】

また、上述した焼成工程や各種追加処理においては、金属粉末中（焼結体中）の軽元素が揮発し、最終的に得られる焼結体の組成は、金属粉末中の組成から若干変化している場合もある。

10

## 【 0 1 5 2 】

例えば、C については、工程条件や処理条件に応じて異なるものの、最終的な焼結体における含有率が、粉末冶金用金属粉末における含有率の 5 % 以上 1 0 0 % 以下の範囲内（好ましくは 3 0 % 以上 1 0 0 % 以下の範囲内）で変化する可能性がある。

## 【 0 1 5 3 】

また、O についても、工程条件や処理条件に応じて異なるものの、最終的な焼結体における含有率が、粉末冶金用金属粉末における含有率の 1 % 以上 5 0 % 以下の範囲内（好ましくは 3 % 以上 5 0 % 以下の範囲内）で変化する可能性がある。

## 【 0 1 5 4 】

20

一方、前述したように、製造された焼結体は、必要に応じて行われる追加処理の一環で H I P 処理に供されてもよいが、H I P 処理を行っても十分な効果が発揮されない場合も多い。H I P 処理では、焼結体のさらなる高密度化を図ることができるが、そもそも本発明で得られる焼結体は、焼成工程の終了時点ですでに十分な高密度化が図られている。このため、さらに H I P 処理を施したとしても、それ以上の高密度化は進み難い。

## 【 0 1 5 5 】

加えて、H I P 処理では、圧力媒体を介して被処理物を加圧する必要があるため、被処理物が汚染されたり、汚染に伴って被処理物の組成や物性が意図しない変化を生じたり、汚染に伴って被処理物の変色したりするおそれがある。また、加圧されることにより被処理物内において残留応力が発生あるいは増加し、これが経時的に解放されるのに伴って変形や寸法精度の低下といった不具合の発生を招くおそれがある。

30

## 【 0 1 5 6 】

これに対し、本発明によれば、このような H I P 処理を施すことなく、十分に密度の高い焼結体を製造可能であるため、H I P 処理を施した場合と同様の高密度化および高強度化が図られた焼結体を得ることができる。そして、このような焼結体は、汚染や変色、意図しない組成や物性の変化等が少なく、変形や寸法精度の低下といった不具合の発生も少ないものとなる。よって、本発明によれば、機械的強度および寸法精度が高く、耐久性に優れた焼結体を効率よく製造することができる。

## 【 0 1 5 7 】

また、本発明で製造された焼結体は、機械的特性を向上させる目的の追加処理をほとんど必要としないため、組成や結晶組織が焼結体全体で均一になり易い。このため、構造的な等方性が高く、形状によらず全方位からの荷重に対する耐久性に優れたものとなる。

40

## 【 0 1 5 8 】

以上、本発明の粉末冶金用金属粉末、コンパウンド、造粒粉末および焼結体について、好適な実施形態に基づいて説明したが、本発明はこれらに限定されるものではない。

## 【 0 1 5 9 】

また、本発明の焼結体は、例えば、自動車用部品、自転車用部品、鉄道車両用部品、船舶用部品、航空機用部品、宇宙輸送機（例えばロケット等）用部品のような輸送機器用部品、パソコン用部品、携帯電話端末用部品のような電子機器用部品、冷蔵庫、洗濯機、冷暖房機のような電気機器用部品、工作機械、半導体製造装置のような機械用部品、原子力

50

発電所、火力発電所、水力発電所、製油所、化学コンビナートのようなプラント用部品、時計用部品、金属食器、宝飾品、眼鏡フレームのような装飾品の他、あらゆる構造部品に用いられる。

【実施例】

【0160】

次に、本発明の実施例について説明する。

1. 射出成形法による成形を伴う焼結体の製造

(サンプルNo. 1)

[1] まず、水アトマイズ法により製造された表1に示す組成の金属粉末を用意した。なお、この金属粉末の平均粒径は $3.86\mu\text{m}$ 、タップ密度は $4.38\text{g}/\text{cm}^3$ 、比表面積は $0.24\text{m}^2/\text{g}$ であった。

10

【0161】

また、表1に示す粉末の組成は、誘導結合高周波プラズマ発光分析法(ICP法)により同定、定量した。また、ICP分析には、(株)リガク製、ICP装置(CIRO S120型)を用いた。また、CおよびSの同定、定量には、LECO社製炭素・硫黄分析装置(CS-200)を用いた。さらに、Oの同定、定量には、LECO社製酸素・窒素分析装置(TC-300/EF-300)を用いた。

【0162】

[2] 次に、金属粉末と、ポリプロピレンおよびワックスの混合物(有機バインダー)とを、質量比で9:1となるよう秤量して混合し、混合原料を得た。

20

【0163】

[3] 次に、この混合原料を混練機で混練し、コンパウンドを得た。

[4] 次に、このコンパウンドを、以下に示す成形条件で、射出成形機にて成形し、成形体を作製した。

【0164】

<成形条件>

- ・材料温度: 150
- ・射出圧力:  $11\text{MPa}$  ( $110\text{kgf}/\text{cm}^2$ )

【0165】

[5] 次に、得られた成形体に対して、以下に示す脱脂条件で熱処理(脱脂処理)を施し、脱脂体を得た。

30

【0166】

<脱脂条件>

- ・脱脂温度: 450
- ・脱脂時間: 2時間(脱脂温度での保持時間)
- ・脱脂雰囲気: 窒素雰囲気

【0167】

[6] 次に、得られた脱脂体を、以下に示す焼成条件で焼成した。これにより、焼結体を得た。なお、焼結体の形状は、直径10mm、厚さ5mmの円筒形状とした。

40

【0168】

<焼成条件>

- ・焼成温度: 1150
- ・焼成時間: 3時間(焼成温度での保持時間)
- ・焼成雰囲気: アルゴン雰囲気

【0169】

[7] 次に、得られた焼結体に対し、以下に示す条件で焼き入れ処理を施した。

<焼き入れ処理条件>

- ・焼き入れ温度: 980
- ・焼き入れ時間: 4時間
- ・焼き入れ雰囲気: アルゴン雰囲気

50

- ・冷却方法 : 水冷

## 【0170】

[8] 次に、焼き入れ処理を施した焼結体に対し、以下に示す条件でサブゼロ処理を施した。

## 【0171】

<サブゼロ処理条件>

- ・サブゼロ処理温度 : -196
- ・サブゼロ処理時間 : 2時間

## 【0172】

[9] 次に、サブゼロ処理を施した焼結体に対し、以下に示す条件で焼き戻し処理を施した。

10

## 【0173】

<焼き戻し処理条件>

- ・焼き戻し処理温度 : 210
- ・焼き戻し処理時間 : 4時間

## 【0174】

(サンプルNo. 2~36)

粉末冶金用金属粉末の組成等を表1に示すように変更した以外は、それぞれサンプルNo. 1の焼結体の製造方法と同様にして焼結体を得た。なお、サンプルNo. 36の焼結体は、サンプルNo. 35で得られた焼結体に対し、さらに以下の条件でHIP処理を施して焼結体の高密度化を図ったものである。また、サンプルNo. 28~30の焼結体は、それぞれガスアトマイズ法により製造された金属粉末を用いて得られたものである。なお、表1には、備考欄に「ガス」と表記している。

20

## 【0175】

<HIP処理条件>

- ・加熱温度 : 1100
- ・加熱時間 : 2時間
- ・加圧力 : 100MPa

## 【0176】

【表 1】

表 1

		粉末冶金用金属粉末															
		合金組成										Zr/Nb	Zr+Nb	(Zr+Nb) /Si	(Zr+Nb) /C	Mn+Ni	備考
サンプル No.	—	Cr	C	Si	Zr	Nb	Mn	Ni	Cu	O	Fe						
		質量%															
No.1	実施例	12.88	0.90	0.73	0.07	0.07	0.10	0.07	<0.01	0.27	残部	1.00	0.14	0.19	0.16	0.17	
No.2	実施例	14.24	0.28	0.58	0.09	0.05	0.12	0.05	<0.01	0.24	残部	1.80	0.14	0.24	0.50	0.17	
No.3	実施例	11.63	1.13	0.78	0.05	0.06	0.07	0.05	<0.01	0.31	残部	0.83	0.11	0.14	0.10	0.12	
No.4	実施例	13.37	0.85	0.64	0.10	0.05	0.08	0.10	<0.01	0.25	残部	2.00	0.15	0.23	0.18	0.18	
No.5	実施例	12.54	0.98	0.75	0.05	0.10	0.11	0.06	<0.01	0.29	残部	0.50	0.15	0.20	0.15	0.17	
No.6	実施例	11.23	0.47	0.52	0.12	0.04	0.12	0.12	<0.01	0.22	残部	3.00	0.16	0.31	0.34	0.24	
No.7	実施例	14.87	0.98	0.69	0.04	0.12	0.09	0.05	<0.01	0.41	残部	0.33	0.16	0.23	0.16	0.14	
No.8	実施例	12.64	0.74	0.77	0.11	0.09	0.08	0.08	<0.01	0.30	残部	1.22	0.20	0.26	0.27	0.16	
No.9	実施例	13.89	0.65	0.51	0.05	0.05	0.11	0.05	<0.01	0.28	残部	1.00	0.10	0.20	0.15	0.16	
No.10	実施例	10.56	0.78	0.32	0.08	0.09	0.18	0.15	<0.01	0.25	残部	0.89	0.17	0.53	0.22	0.33	
No.11	実施例	16.26	1.05	0.62	0.08	0.06	0.05	0.07	<0.01	0.29	残部	1.33	0.14	0.23	0.13	0.12	
No.12	実施例	19.74	0.92	0.88	0.10	0.10	0.04	0.08	<0.01	0.48	残部	1.00	0.20	0.23	0.22	0.12	
No.13	実施例	23.69	0.41	0.44	0.08	0.08	0.07	0.06	<0.01	0.68	残部	1.00	0.16	0.36	0.39	0.13	
No.14	実施例	10.20	0.55	0.65	0.14	0.04	0.09	0.06	<0.01	0.19	残部	3.50	0.18	0.28	0.33	0.15	
No.15	実施例	12.91	0.81	0.68	0.03	0.14	0.07	0.07	<0.01	0.27	残部	0.21	0.17	0.25	0.21	0.14	
No.16	実施例	11.89	0.88	0.75	0.05	0.03	0.09	0.07	<0.01	0.23	残部	1.67	0.08	0.11	0.09	0.16	
No.17	実施例	12.78	0.74	0.61	0.12	0.12	0.11	0.06	<0.01	0.25	残部	1.00	0.24	0.39	0.32	0.17	
No.18	実施例	12.80	0.87	0.75	0.07	0.08	0.01	0.06	<0.01	0.24	残部	0.88	0.15	0.20	0.17	0.07	
No.19	実施例	12.80	0.87	0.75	0.07	0.08	0.30	0.05	<0.01	0.24	残部	0.88	0.15	0.20	0.17	0.35	
No.20	実施例	12.80	0.87	0.75	0.07	0.08	1.00	0.60	<0.01	0.24	残部	0.88	0.15	0.20	0.17	1.60	
No.21	実施例	12.88	0.90	0.73	0.07	0.07	0.10	0.20	<0.01	0.27	残部	1.00	0.14	0.19	0.16	0.30	
No.22	実施例	12.75	0.93	0.71	0.01	0.07	0.11	0.07	<0.01	0.29	残部	0.14	0.08	0.11	0.09	0.18	
No.23	実施例	12.94	1.02	0.79	0.05	0.01	0.09	0.06	<0.01	0.31	残部	5.00	0.06	0.08	0.06	0.15	
No.24	実施例	11.56	0.63	0.54	0.21	0.07	0.11	0.08	<0.01	0.38	残部	3.00	0.28	0.52	0.44	0.19	
No.25	実施例	14.35	0.47	0.77	0.06	0.19	0.05	0.04	<0.01	0.41	残部	0.32	0.25	0.32	0.53	0.09	
No.26	実施例	12.11	0.51	0.53	0.20	0.17	0.11	0.08	<0.01	0.27	残部	1.18	0.37	0.70	0.73	0.19	
No.27	実施例	12.78	0.78	0.72	0.32	0.41	0.12	0.08	<0.01	0.31	残部	0.78	0.73	1.01	0.94	0.20	
No.28	実施例	13.37	0.85	0.64	0.10	0.05	0.08	0.10	<0.01	0.25	残部	2.00	0.15	0.23	0.18	0.18	ガス
No.29	実施例	12.54	0.98	0.75	0.05	0.10	0.11	0.06	<0.01	0.29	残部	0.50	0.15	0.20	0.15	0.17	ガス
No.30	実施例	11.23	0.47	0.52	0.12	0.04	0.12	0.12	<0.01	0.22	残部	3.00	0.16	0.31	0.34	0.24	ガス
No.31	比較例	12.54	0.95	0.82	0.00	0.05	0.12	0.08	<0.01	0.25	残部	0.00	0.05	0.06	0.05	0.20	
No.32	比較例	12.95	0.76	0.78	0.04	0.00	0.08	0.10	<0.01	0.31	残部	—	0.04	0.05	0.05	0.18	
No.33	比較例	13.25	0.45	0.42	0.68	0.05	0.08	0.06	<0.01	0.27	残部	13.60	0.73	1.74	1.62	0.14	
No.34	比較例	13.58	0.58	0.36	0.03	0.62	0.07	0.05	<0.01	0.32	残部	0.05	0.65	1.81	1.12	0.12	
No.35	比較例	13.50	1.00	0.75	0.00	0.00	0.12	0.11	<0.01	0.33	残部	—	0.00	0.00	0.00	0.23	
No.36	比較例	13.50	1.00	0.75	0.00	0.00	0.12	0.11	<0.01	0.33	残部	—	0.00	0.00	0.00	0.23	HIP

## 【 0 1 7 7 】

なお、表 1 においては、各サンプル No. の粉末冶金用金属粉末および焼結体のうち、本発明に相当するものを「実施例」、本発明に相当しないものを「比較例」としている。

## 【 0 1 7 8 】

( サンプル No. 37 ~ 67 )

粉末冶金用金属粉末の組成等を表 2 に示すように変更した以外は、それぞれサンプル No. 1 の焼結体の製造方法と同様にして焼結体を得た。なお、サンプル No. 67 の焼結体は、サンプル No. 66 で得られた焼結体に対し、さらに以下の条件で HIP 処理を施

10

20

30

40

50

して焼結体の高密度化を図ったものである。また、サンプルNo. 57～59の焼結体は、それぞれガスアトマイズ法により製造された金属粉末を用いて得られたものである。なお、表2には、備考欄に「ガス」と表記している。

【0179】

<HIP処理条件>

- ・加熱温度 : 1100
- ・加熱時間 : 2時間
- ・加圧力 : 100MPa

【0180】

【表2】

表2

		粉末冶金用金属粉末															
		合金組成										Zr/Nb	Zr+Nb	(Zr+Nb) /Si	(Zr+Nb) /C	Mn+Ni	備考
サンプル No.	—	Cr	C	Si	Zr	Nb	Mn	Ni	Cu	O	Fe						
		質量%										—	質量%	—	—	質量%	—
No.37	実施例	17.00	1.00	0.80	0.07	0.07	0.10	0.20	<0.01	0.27	残部	1.00	0.14	0.18	0.14	0.30	
No.38	実施例	16.78	0.98	0.58	0.09	0.05	0.12	0.25	<0.01	0.24	残部	1.80	0.14	0.24	0.14	0.37	
No.39	実施例	17.69	1.05	0.78	0.05	0.06	0.07	0.05	<0.01	0.31	残部	0.83	0.11	0.14	0.10	0.12	
No.40	実施例	16.23	1.04	0.52	0.12	0.04	0.09	0.15	<0.01	0.22	残部	3.00	0.16	0.31	0.15	0.24	
No.41	実施例	16.87	1.09	0.69	0.04	0.12	0.09	0.05	<0.01	0.41	残部	0.33	0.16	0.23	0.15	0.14	
No.42	実施例	17.64	0.68	0.77	0.11	0.09	0.08	0.08	<0.01	0.30	残部	1.22	0.20	0.26	0.29	0.16	
No.43	実施例	17.89	0.72	0.51	0.05	0.05	0.11	0.05	<0.01	0.28	残部	1.00	0.10	0.20	0.14	0.16	
No.44	実施例	16.50	1.12	0.32	0.08	0.09	0.18	0.15	<0.01	0.25	残部	0.89	0.17	0.53	0.15	0.33	
No.45	実施例	16.26	1.05	0.62	0.08	0.06	0.05	0.07	<0.01	0.29	残部	1.33	0.14	0.23	0.13	0.12	
No.46	実施例	17.74	0.96	0.88	0.10	0.10	0.04	0.08	<0.01	0.48	残部	1.00	0.20	0.23	0.21	0.12	
No.47	実施例	16.69	0.98	0.44	0.08	0.08	0.07	0.09	<0.01	0.57	残部	1.00	0.16	0.36	0.16	0.16	
No.48	実施例	17.81	0.96	0.75	0.07	0.08	0.01	0.06	<0.01	0.24	残部	0.88	0.15	0.20	0.16	0.07	
No.49	実施例	16.56	0.78	0.84	0.07	0.08	1.00	0.60	<0.01	0.24	残部	0.88	0.15	0.16	0.19	1.60	
No.50	実施例	17.56	0.95	0.81	0.01	0.07	0.12	0.08	<0.01	0.31	残部	0.14	0.08	0.10	0.08	0.20	
No.51	実施例	16.94	1.06	0.89	0.05	0.01	0.10	0.07	<0.01	0.29	残部	5.00	0.06	0.07	0.06	0.17	
No.52	実施例	17.56	0.78	0.54	0.21	0.07	0.11	0.08	<0.01	0.38	残部	3.00	0.28	0.52	0.36	0.19	
No.53	実施例	16.35	0.76	0.77	0.06	0.19	0.05	0.04	<0.01	0.41	残部	0.32	0.25	0.32	0.33	0.09	
No.54	実施例	17.78	0.99	0.72	0.41	0.35	0.13	0.09	<0.01	0.31	残部	1.17	0.76	1.06	0.77	0.22	
No.55	実施例	13.25	0.18	0.79	0.07	0.07	0.15	0.21	<0.01	0.25	残部	1.00	0.14	0.18	0.78	0.36	
No.56	実施例	13.02	0.36	0.81	0.08	0.06	0.08	0.19	<0.01	0.19	残部	1.33	0.14	0.17	0.39	0.27	
No.57	実施例	17.00	1.00	0.80	0.07	0.07	0.10	0.20	<0.01	0.27	残部	1.00	0.14	0.18	0.14	0.30	ガス
No.58	実施例	16.78	0.98	0.58	0.09	0.05	0.12	0.25	<0.01	0.24	残部	1.80	0.14	0.24	0.14	0.37	ガス
No.59	実施例	17.69	1.05	0.78	0.05	0.06	0.07	0.05	<0.01	0.31	残部	0.83	0.11	0.14	0.10	0.12	ガス
No.60	比較例	17.54	0.99	0.82	0.00	0.06	0.11	0.09	<0.01	0.29	残部	0.00	0.06	0.07	0.06	0.20	
No.61	比較例	16.95	1.05	0.78	0.07	0.00	0.07	0.12	<0.01	0.32	残部	—	0.07	0.09	0.07	0.19	
No.62	比較例	17.00	1.12	0.42	0.59	0.04	0.06	0.07	<0.01	0.28	残部	14.75	0.63	1.50	0.56	0.13	
No.63	比較例	17.45	1.14	0.36	0.06	0.74	0.07	0.06	<0.01	0.35	残部	0.08	0.80	2.22	0.70	0.13	
No.64	比較例	13.25	0.18	0.79	0.04	0.00	0.15	0.21	<0.01	0.25	残部	—	0.04	0.05	0.22	0.36	
No.65	比較例	13.02	0.36	0.81	0.05	0.00	0.08	0.19	<0.01	0.19	残部	—	0.05	0.06	0.14	0.27	
No.66	比較例	16.28	1.04	0.25	0.00	0.00	0.31	0.00	<0.01	0.42	残部	—	0.00	0.00	0.00	0.31	
No.67	比較例	16.28	1.04	0.25	0.00	0.00	0.31	0.00	<0.01	0.42	残部	—	0.00	0.00	0.00	0.31	HIP

【0181】

なお、表2においては、各サンプルNo.の粉末冶金用金属粉末および焼結体のうち、本発明に相当するものを「実施例」とし、本発明に相当しないものを「比較例」としている。



## 【 0 1 8 2 】

## 2. 射出成形法による成形を伴う焼結体の評価

## 2. 1 相対密度の評価

各サンプルNo.の焼結体について、JIS Z 2501に規定された焼結金属材料の密度を測定する方法に準じて、焼結密度を測定するとともに、各焼結体を製造するのに用いた粉末冶金用金属粉末の真密度を参照して、各焼結体の相対密度を算出した。

算出結果を表3、4に示す。

## 【 0 1 8 3 】

## 2. 2 ビッカース硬度の評価

各サンプルNo.の焼結体について、JIS Z 2244に規定されたビッカース硬さ試験の試験方法に準じて、ビッカース硬度を測定した。 10

測定結果を表3、4に示す。

## 【 0 1 8 4 】

## 2. 3 引張強さ、0.2%耐力および伸びの評価

各サンプルNo.の焼結体について、JIS Z 2241に規定された金属材料引張試験方法に準じて、引張強さ、0.2%耐力および伸びを測定した。

そして、測定したこれらの物性値について、以下の評価基準にしたがって評価した。

## 【 0 1 8 5 】

## &lt; 引張強さの評価基準 &gt;

- A：焼結体の引張強さが非常に大きい（1800MPa以上） 20
- B：焼結体の引張強さが大きい（1600MPa以上1800MPa未満）
- C：焼結体の引張強さがやや大きい（1400MPa以上1600MPa未満）
- D：焼結体の引張強さがやや小さい（1200MPa以上1400MPa未満）
- E：焼結体の引張強さが小さい（1000MPa以上1200MPa未満）
- F：焼結体の引張強さが非常に小さい（800MPa以上1000MPa未満）
- G：焼結体の引張強さが特に小さい（800MPa未満）

## 【 0 1 8 6 】

## &lt; 0.2%耐力の評価基準 &gt;

- A：焼結体の0.2%耐力が非常に大きい（1200MPa以上）
- B：焼結体の0.2%耐力が大きい（1100MPa以上1200MPa未満） 30
- C：焼結体の0.2%耐力がやや大きい（1000MPa以上1100MPa未満）
- D：焼結体の0.2%耐力がやや小さい（900MPa以上1000MPa未満）
- E：焼結体の0.2%耐力が小さい（800MPa以上900MPa未満）
- F：焼結体の0.2%耐力が非常に小さい（700MPa以上800MPa未満）
- G：焼結体の0.2%耐力が特に小さい（700MPa未満）

## 【 0 1 8 7 】

## &lt; 伸びの評価基準 &gt;

- A：焼結体の伸びが非常に大きい（7%以上）
- B：焼結体の伸びが大きい（6%以上7%未満）
- C：焼結体の伸びがやや大きい（5%以上6%未満） 40
- D：焼結体の伸びがやや小さい（4%以上5%未満）
- E：焼結体の伸びが小さい（3%以上4%未満）
- F：焼結体の伸びが非常に小さい（2%以上3%未満）
- G：焼結体の伸びが特に小さい（2%未満）

以上の評価結果を表3、4に示す。

## 【 0 1 8 8 】

【表 3】

表3

サン プル No.	—	金属 粉末	焼結体の評価結果				
		平均 粒径	相対 密度	ピッカース 硬度	引張 強さ	0.2% 耐力	伸び
		μm	%	—	—	—	—
No.1	実施例	3.86	99.5	700	A	A	A
No.2	実施例	3.79	98.2	670	B	B	B
No.3	実施例	3.84	98.4	650	B	B	B
No.4	実施例	3.92	99.3	680	A	A	A
No.5	実施例	4.02	99.4	690	A	A	A
No.6	実施例	3.68	97.8	580	B	B	B
No.7	実施例	3.77	98.2	590	B	B	B
No.8	実施例	3.81	98.8	610	A	A	B
No.9	実施例	3.85	98.9	600	A	A	B
No.10	実施例	4.05	98.5	570	B	B	B
No.11	実施例	3.97	98.9	630	A	A	B
No.12	実施例	3.92	98.6	620	B	B	B
No.13	実施例	3.74	97.5	680	B	B	C
No.14	実施例	3.81	97.2	520	B	B	B
No.15	実施例	3.86	97.4	540	B	B	B
No.16	実施例	3.88	97.1	600	B	B	B
No.17	実施例	3.76	97.2	610	B	B	B
No.18	実施例	3.84	97.0	510	C	C	B
No.19	実施例	3.84	97.2	550	B	B	C
No.20	実施例	3.86	96.8	505	C	C	C
No.21	実施例	3.76	97.3	610	B	B	B
No.22	実施例	3.77	95.8	620	D	D	B
No.23	実施例	3.94	98.2	630	D	C	B
No.24	実施例	3.05	95.7	520	D	D	D
No.25	実施例	3.12	95.6	510	D	D	D
No.26	実施例	3.09	95.5	505	D	D	D
No.27	実施例	2.85	95.1	495	D	D	D
No.28	実施例	7.84	99.1	670	A	A	A
No.29	実施例	8.04	99.2	680	A	A	A
No.30	実施例	7.23	98.3	590	B	B	B
No.31	比較例	3.67	93.8	460	F	F	C
No.32	比較例	3.48	94.5	485	E	C	C
No.33	比較例	2.97	94.8	490	E	E	D
No.34	比較例	3.05	93.2	455	F	F	D
No.35	比較例	2.16	93.1	480	F	F	F
No.36	比較例	3.04	99.2	660	A	A	B

【表 4】

表4

		金属粉末	焼結体の評価結果				
サンプル No.	—	平均 粒径	相対 密度	ビッカース 硬度	引張 強さ	0.2% 耐力	伸び
		μm	%	—	—	—	—
No.37	実施例	4.15	99.5	825	A	A	A
No.38	実施例	4.03	99.6	830	A	A	A
No.39	実施例	4.25	98.3	750	B	B	B
No.40	実施例	4.05	97.6	735	B	B	B
No.41	実施例	3.98	97.5	730	B	B	B
No.42	実施例	4.23	99.1	610	B	B	B
No.43	実施例	5.36	99.2	600	B	B	B
No.44	実施例	4.05	97.6	770	B	B	B
No.45	実施例	4.14	99.3	825	A	A	B
No.46	実施例	4.58	98.4	720	B	B	B
No.47	実施例	6.35	98.9	780	B	B	C
No.48	実施例	4.45	99.1	740	C	C	B
No.49	実施例	10.8	98.9	685	C	C	C
No.50	実施例	4.78	95.9	710	D	D	B
No.51	実施例	4.69	96.4	720	D	C	B
No.52	実施例	4.36	95.7	620	D	D	D
No.53	実施例	4.12	95.6	610	D	D	D
No.54	実施例	15.4	95.4	690	D	D	D
No.55	実施例	4.23	99.1	610	B	B	B
No.56	実施例	3.87	99.3	630	A	A	A
No.57	実施例	8.31	99.3	815	A	A	A
No.58	実施例	8.06	99.4	820	A	A	A
No.59	実施例	8.52	98.1	740	B	B	B
No.60	比較例	4.58	93.7	660	F	F	C
No.61	比較例	4.49	94.4	685	E	C	C
No.62	比較例	4.79	94.7	680	E	E	D
No.63	比較例	4.56	93.6	665	F	F	D
No.64	比較例	4.35	94.9	575	F	F	F
No.65	比較例	3.78	94.6	560	E	E	E
No.66	比較例	2.28	93.3	480	B	B	F
No.67	比較例	2.28	98.8	645	A	A	B

【 0 1 9 0 】

表 3、4 から明らかなように、各実施例で得られた焼結体は、各比較例（HIP 処理を

10

20

30

40

50

施したものを除く。)で得られた焼結体に比べて、相対密度が高く、ビッカース硬度も高いものであることが認められた。また、引張強さ、0.2%耐力および伸びといった特性についても、有意差があることが認められた。

#### 【0191】

3. 圧粉成形法による成形を伴う焼結体の製造

(サンプルNo. 68)

[1] まず、表5に示す組成の金属粉末を、サンプルNo. 1の場合と同様、水アトマイズ法により製造した。

[2] 次に、スプレードライ法により、金属粉末を造粒した。このとき使用したバインダーはポリビニルアルコールであり、金属粉末100質量部に対して1質量部になる量を使用した。また、ポリビニルアルコール1質量部に対して50質量部の溶媒(イオン交換水)を使用した。これにより、平均粒径50 $\mu$ mの造粒粉末を得た。

#### 【0192】

[3] 次に、この造粒粉末を、以下に示す成形条件で、プレス成形機にて成形し、成形体を作製した。なお、成形体の形状は、20mm角の立方体形状とした。

<成形条件>

- ・材料温度 : 90
- ・成形圧力 : 600 MPa (6 t / cm<sup>2</sup>)

#### 【0193】

[4] 次に、得られた成形体に対して、以下に示す脱脂条件で熱処理(脱脂処理)を施し、脱脂体を得た。

<脱脂条件>

- ・脱脂温度 : 450
- ・脱脂時間 : 2時間(脱脂温度での保持時間)
- ・脱脂雰囲気 : 窒素雰囲気

#### 【0194】

[5] 次に、得られた脱脂体を、以下に示す焼成条件で焼成した。これにより、焼結体を得た。

<焼成条件>

- ・焼成温度 : 1150
- ・焼成時間 : 3時間(焼成温度での保持時間)
- ・焼成雰囲気 : アルゴン雰囲気

[6] 次に、サンプルNo. 1の場合と同様、得られた焼結体に対し、焼き入れ処理、サブゼロ処理および焼き戻し処理を施した。

#### 【0195】

(サンプルNo. 69~84)

粉末冶金用金属粉末の組成等を表5に示すように変更した以外は、それぞれサンプルNo. 68の場合と同様にして焼結体を得た。なお、サンプルNo. 84の焼結体は、サンプルNo. 83の焼結体に対し、さらに以下の条件でHIP処理を施して焼結体の高密度化を図ったものである。

<HIP処理条件>

- ・加熱温度 : 1100
- ・加熱時間 : 2時間
- ・加圧力 : 100 MPa

#### 【0196】

10

20

30

40

【表 5】

表5

		粉末冶金用金属粉末															
		合金組成										Zr/Nb	Zr+Nb	(Zr+Nb) /Si	(Zr+Nb) /C	Mn+Ni	備考
サンプル No.	—	Cr	C	Si	Zr	Nb	Mn	Ni	Cu	O	Fe						
		質量%										—	質量%	—	—	質量%	—
No.68	実施例	12.88	0.90	0.73	0.07	0.07	0.10	0.07	<0.01	0.27	残部	1.00	0.14	0.19	0.16	0.17	圧粉
No.69	実施例	14.24	0.28	0.58	0.09	0.05	0.12	0.05	<0.01	0.24	残部	1.80	0.14	0.24	0.50	0.17	圧粉
No.70	実施例	11.63	1.13	0.78	0.05	0.06	0.07	0.05	<0.01	0.31	残部	0.83	0.11	0.14	0.10	0.12	圧粉
No.71	実施例	13.37	0.85	0.64	0.10	0.05	0.06	0.10	<0.01	0.25	残部	2.00	0.15	0.23	0.18	0.18	圧粉
No.72	実施例	12.54	0.98	0.75	0.05	0.10	0.11	0.06	<0.01	0.29	残部	0.50	0.15	0.20	0.15	0.17	圧粉
No.73	実施例	11.23	0.47	0.52	0.12	0.04	0.12	0.12	<0.01	0.22	残部	3.00	0.16	0.31	0.34	0.24	圧粉
No.74	実施例	14.87	0.98	0.69	0.04	0.12	0.09	0.05	<0.01	0.41	残部	0.33	0.16	0.23	0.16	0.14	圧粉
No.75	実施例	12.64	0.74	0.77	0.11	0.09	0.08	0.08	<0.01	0.30	残部	1.22	0.20	0.26	0.27	0.16	圧粉
No.76	実施例	13.89	0.65	0.51	0.05	0.05	0.11	0.05	<0.01	0.28	残部	1.00	0.10	0.20	0.15	0.16	圧粉
No.77	実施例	10.56	0.78	0.32	0.08	0.09	0.18	0.15	<0.01	0.25	残部	0.89	0.17	0.53	0.22	0.33	圧粉
No.78	実施例	16.26	1.05	0.62	0.08	0.06	0.05	0.07	<0.01	0.29	残部	1.33	0.14	0.23	0.13	0.12	圧粉
No.79	比較例	12.54	0.95	0.82	0.00	0.05	0.12	0.06	<0.01	0.25	残部	0.00	0.05	0.06	0.05	0.20	圧粉
No.80	比較例	12.95	0.76	0.78	0.04	0.00	0.08	0.10	<0.01	0.31	残部	—	0.04	0.05	0.05	0.18	圧粉
No.81	比較例	13.25	0.45	0.42	0.68	0.05	0.08	0.06	<0.01	0.27	残部	13.60	0.73	1.74	1.62	0.14	圧粉
No.82	比較例	13.58	0.58	0.36	0.03	0.62	0.07	0.05	<0.01	0.32	残部	0.05	0.65	1.81	1.12	0.12	圧粉
No.83	比較例	13.50	1.00	0.75	0.00	0.00	0.12	0.11	<0.01	0.33	残部	—	0.00	0.00	0.00	0.23	圧粉
No.84	比較例	13.50	1.00	0.75	0.00	0.00	0.12	0.11	<0.01	0.33	残部	—	0.00	0.00	0.00	0.23	HIP

## 【0197】

なお、表5においては、各サンプルNo.の粉末冶金用金属粉末および焼結体のうち、本発明に相当するものを「実施例」とし、本発明に相当しないものを「比較例」としている。

## 【0198】

## 4. 圧粉成形法による成形を伴う焼結体の評価

## 4.1 相対密度の評価

各サンプルNo.の焼結体について、JIS Z 2501に規定された焼結金属材料の密度を測定する方法に準じて、焼結密度を測定するとともに、各焼結体を製造するのに用いた粉末冶金用金属粉末の真密度を参照して、各焼結体の相対密度を算出した。

算出結果を表6に示す。

## 【0199】

## 4.2 ビッカース硬度の評価

各サンプルNo.の焼結体について、JIS Z 2244に規定されたビッカース硬さ試験の試験方法に準じて、ビッカース硬度を測定した。

測定結果を表6に示す。

## 【0200】

## 4.3 引張強さ、0.2%耐力および伸びの評価

各サンプルNo.の焼結体について、JIS Z 2241に規定された金属材料引張試験方法に準じて、引張強さ、0.2%耐力および伸びを測定した。

そして、測定したこれらの物性値について、前述の評価基準にしたがって評価した。

以上の評価結果を表6に示す。

## 【0201】

10

20

30

40

【表 6】

表6

		金属 粉末	焼結体の評価結果				
サン プル No.	—	平均 粒径	相対 密度	ピッカース 硬度	引張 強さ	0.2% 耐力	伸び
		$\mu\text{m}$	%	—	—	—	—
No.68	実施例	3.86	99.6	710	A	A	A
No.69	実施例	3.79	98.5	680	B	B	B
No.70	実施例	3.84	98.6	660	B	B	B
No.71	実施例	3.92	99.5	690	A	A	A
No.72	実施例	4.02	99.6	700	A	A	A
No.73	実施例	3.68	98.1	590	B	B	B
No.74	実施例	3.77	98.4	600	B	B	B
No.75	実施例	3.81	98.9	610	A	A	B
No.76	実施例	3.85	99.1	620	A	A	B
No.77	実施例	4.05	98.7	680	B	B	B
No.78	実施例	3.97	99.1	630	A	A	B
No.79	比較例	3.67	94.0	465	E	D	C
No.80	比較例	3.48	94.6	490	E	C	C
No.81	比較例	2.97	94.9	495	E	D	D
No.82	比較例	3.05	93.5	460	F	E	D
No.83	比較例	2.16	93.3	490	F	F	F
No.84	比較例	3.04	99.3	665	A	A	B

## 【 0 2 0 2 】

表 6 から明らかなように、各実施例で得られた焼結体は、圧粉成形法（プレス成形法）により成形体を焼結してなるものであっても、相対密度が高く、ピッカース硬度も高いものであることが認められた。また、引張強さ、0.2%耐力および伸びといった特性についても、比較例で得られた焼結体との間に有意差があることが認められた。

## 【 0 2 0 3 】

以上のことから、Fe-Cr-C-Si系の合金粉末を焼結してなる焼結体においては、さらにZrとNbとを適度に添加することで、HIP処理のような高密度化を図る追加処理を施さなくても、高密度化および高硬度化を実現し得ることが明らかとなった。

## 【 0 2 0 4 】

なお、HIP処理を施した焼結体では、各実施例で得られた焼結体と同程度の高密度および高硬度が実現されていた。したがって、本発明によれば、HIP処理を施すことなく、HIP処理と同程度以上の高密度化が図られることが明らかとなった。

## 【 0 2 0 5 】

また、各実施例で得られた粉末冶金用金属粉末中の不純物の含有率を測定したところ、いずれも合計で0.03質量%未満であった。

## 【 0 2 0 6 】

また、サンプルNo. 1の焼結体中のC含有率およびO含有率を再度測定したところ、0.75質量%および0.02質量%であった。

## 【 0 2 0 7 】

なお、サンプル N o . 1 の焼結体において、焼き入れ処理、サブゼロ処理および焼き戻し処理を行う前の焼結体（焼結直後の焼結体）についても 2 . 1 と同様にして相対密度を評価したところ、表 3 に示すのと同等の値が得られた。

---

フロントページの続き

- (72)発明者 石上 秀樹  
青森県八戸市大字河原木字海岸4 - 4 4 エプソンアトミックス株式会社内
- (72)発明者 中村 英文  
青森県八戸市大字河原木字海岸4 - 4 4 エプソンアトミックス株式会社内
- (72)発明者 塩原 幸彦  
青森県八戸市大字河原木字海岸4 - 4 4 エプソンアトミックス株式会社内

審査官 米田 健志

(56)参考文献 特開昭63 - 274740 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B22F 1/00 ~ 8/00