

(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2010-1515  
(P2010-1515A)

(43) 公開日 平成22年1月7日(2010.1.7)

|                                       |                       |             |
|---------------------------------------|-----------------------|-------------|
| (51) Int.Cl.                          | F I                   | テーマコード (参考) |
| B 2 2 F 9/08 (2006.01)                | B 2 2 F 9/08 A        | 4 K O 1 7   |
| B 2 2 F 1/00 (2006.01)                | B 2 2 F 1/00 T        | 4 K O 1 8   |
| B 2 2 F 1/02 (2006.01)                | B 2 2 F 1/00 U        |             |
| C 2 2 C 38/00 (2006.01)               | B 2 2 F 1/02 B        |             |
| C 2 2 C 38/40 (2006.01)               | C 2 2 C 38/00 3 O 1 Z |             |
| 審査請求 未請求 請求項の数 15 O L (全 23 頁) 最終頁に続く |                       |             |

|           |                              |          |                    |
|-----------|------------------------------|----------|--------------------|
| (21) 出願番号 | 特願2008-159766 (P2008-159766) | (71) 出願人 | 000002369          |
| (22) 出願日  | 平成20年6月18日 (2008.6.18)       |          | セイコーエプソン株式会社       |
|           |                              |          | 東京都新宿区西新宿2丁目4番1号   |
|           |                              | (74) 代理人 | 100091292          |
|           |                              |          | 弁理士 増田 達哉          |
|           |                              | (74) 代理人 | 100091627          |
|           |                              |          | 弁理士 朝比 一夫          |
|           |                              | (72) 発明者 | 松橋 範明              |
|           |                              |          | 青森県八戸市大字河原木字海岸4-44 |
|           |                              |          | エプソンアトミックス株式会社内    |
|           |                              | (72) 発明者 | ▲高▼谷 宜拓            |
|           |                              |          | 青森県八戸市大字河原木字海岸4-44 |
|           |                              |          | エプソンアトミックス株式会社内    |
|           |                              | 最終頁に続く   |                    |

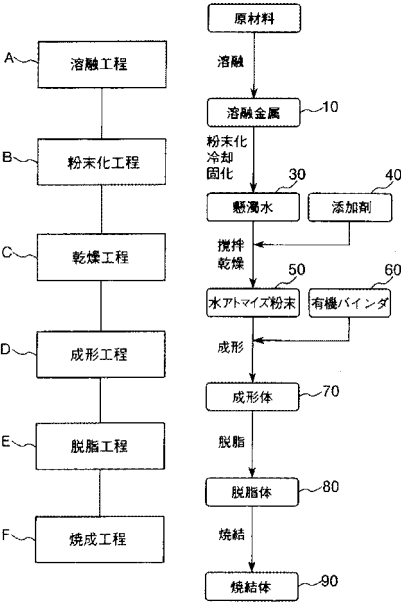
(54) 【発明の名称】 水アトマイズ粉末の製造方法、水アトマイズ粉末および焼結体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】各粒子表面の摩擦抵抗を緩和する被膜を備え、これにより流動性の高い水アトマイズ粉末を効率よく製造可能な水アトマイズ粉末の製造方法、かかる水アトマイズ粉末の製造方法により製造された水アトマイズ粉末、およびこの水アトマイズ粉末を用いて、高密度で寸法精度に優れた焼結体を製造可能な焼結体の製造方法を提供すること。

【解決手段】原材料を溶解し、溶融金属10を得る溶融工程と、溶融金属10を粉末化し、金属粉末20を含む懸濁水30を得る粉末化工程と、得られた懸濁水30に水溶性の有機アミン類を含む添加剤40を添加した後、懸濁水30を乾燥させ、添加剤40の成分で金属粉末20の各粒子を被覆してなる水アトマイズ粉末50を得る脱水工程とを有する。これにより、金属粉末20の各粒子間の摩擦抵抗が水溶性の有機アミン類で緩和され、表面の抵抗が低くなる。その結果、水アトマイズ粉末50は、流動性に優れたものとなる。

【選択図】図1



**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

冷却水の水流に金属材料を溶融してなる溶融金属を衝突させ、前記溶融金属を飛散させて粉末化するとともに、冷却・固化させ、金属粉末が前記冷却水に懸濁してなる懸濁水を得る粉末化工程と、

前記分散液から前記冷却水を除去する脱水工程とを有し、

前記脱水工程の前または途中に、前記懸濁水中に、水溶性の有機アミン類を含む添加剤を添加することにより、前記金属粉末の表面が前記添加剤の被膜で被覆されてなる水アトマイズ粉末を得ることを特徴とする水アトマイズ粉末の製造方法。

**【請求項 2】**

前記水溶性の有機アミン類は、アルキルアミン、シクロアルキルアミン、アルカノールアミンおよびこれらの誘導体のうちの少なくとも 1 種である請求項 1 に記載の水アトマイズ粉末の製造方法。

**【請求項 3】**

前記有機アミン類の誘導体は、有機アミン類の亜硝酸塩、有機アミン類のカルボン酸塩または有機アミン類のクロム酸塩である請求項 2 に記載の水アトマイズ粉末の製造方法。

**【請求項 4】**

前記水溶性の有機アミン類は、沸点が 100 超のものである請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載の水アトマイズ粉末の製造方法。

**【請求項 5】**

前記水溶性の有機アミン類の添加量は、金属粉末の質量に対して 0.005 ~ 10 質量%である請求項 1 ないし 4 のいずれかに記載の水アトマイズ粉末の製造方法。

**【請求項 6】**

前記懸濁水を攪拌しつつ、前記添加剤を添加する請求項 1 ないし 5 のいずれかに記載の水アトマイズ粉末の製造方法。

**【請求項 7】**

前記攪拌は、バッチ式の強制式ミキサーにより行う請求項 6 に記載の水アトマイズ粉末の製造方法。

**【請求項 8】**

前記被膜の平均厚さは、1 ~ 20 nm である請求項 1 ないし 7 のいずれかに記載の水アトマイズ粉末の製造方法。

**【請求項 9】**

前記被膜は、その表面が疎水性を有するものである請求項 1 ないし 8 のいずれかに記載の水アトマイズ粉末の製造方法。

**【請求項 10】**

前記懸濁水における前記冷却水の含有率は、3 ~ 30 質量%である請求項 1 ないし 9 のいずれかに記載の水アトマイズ粉末の製造方法。

**【請求項 11】**

前記金属粉末は、Fe 基合金粉末である請求項 1 ないし 10 のいずれかに記載の水アトマイズ粉末の製造方法。

**【請求項 12】**

前記金属粉末の平均粒径は、1 ~ 30 μm である請求項 1 ないし 11 のいずれかに記載の水アトマイズ粉末の製造方法。

**【請求項 13】**

請求項 1 ないし 12 のいずれかに記載の方法により製造されたことを特徴とする水アトマイズ粉末。

**【請求項 14】**

請求項 13 に記載の水アトマイズ粉末と、有機バインダとを混合し、得られた混合物を所定の形状に成形して成形体を得る成形工程と、

前記成形体を脱脂し、脱脂体を得る脱脂工程と、

10

20

30

40

50

前記脱脂体を焼成し、焼結体を得る焼成工程とを有することを特徴とする焼結体の製造方法。

【請求項 15】

前記水アトマイズ粉末中の前記被膜は、前記脱脂工程において除去される請求項 14 に記載の焼結体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、水アトマイズ粉末の製造方法、水アトマイズ粉末および焼結体の製造方法に関するものである。

10

【背景技術】

【0002】

粉末冶金法では、金属粉末と有機バインダとを混合し、所定の形状に成形して成形体とした後、この成形体を脱脂・焼成することによって焼結体を得る。このようにして得られた焼結体は、比較的複雑な形状であっても目的とする形状に近いものとなり、後加工の加工量が少なく済む。また、金型を用いて成形するため、均一な品質の焼結体を効率よく大量に生産することができる。これにより、生産コストの低減を容易に図ることができる。

【0003】

粉末冶金に用いられる金属粉末は、例えば、特許文献 1 に記載の方法により製造される。この方法は、熔融金属に向けて冷却水を高圧のジェットとして噴出し、熔融金属を飛散させつつ冷却・固化することによって微細な金属粉末を製造する方法（以下、「水アトマイズ法」と言う。）である。このようにして製造された金属粉末は、熔融金属が冷却水の高圧ジェットによって激しく分断されることによって製造されるため、異形状の粒子を多く含んでいる。

20

【0004】

このような異形状の粒子は、相互の潤滑性が低いことから、金属粉末の流動性が低い。このため、水アトマイズ法により製造された金属粉末は、成形時の流動性が低く、成形型の隅々まで流れ難いことが問題となっている。そして、成形体の寸法精度や形状転写性が低下する問題を招いている。

30

そこで、特許文献 2 には、混合物中に脂肪酸金属塩の粒子を添加し、これにより混合物の流動性を高める方法が開示されている。

【0005】

しかしながら、特許文献 2 に開示の方法では、金属粉末と有機バインダとの混合物中で、金属粉末と脂肪酸金属塩の粒子とが均一に分散するのは困難であるため、金属粉末同士の潤滑性が一様に向上することは期待できない。したがって、混合物の流動性を十分に高めることは難しく、成形時の充填性が低下するため、高密度の焼結体を得ることは困難である。

また、焼結体中に脂肪酸金属塩の分解物等が多量に残存する。特に、脂肪酸金属塩は金属原子を含んでいるため、焼結体の各種特性に悪影響を及ぼすことが懸念される。

40

【0006】

【特許文献 1】特公平 3 - 5 5 5 2 2 号公報

【特許文献 2】特開 2 0 0 0 - 2 7 3 5 0 2 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明の目的は、各粒子表面の摩擦抵抗を緩和する被膜を備え、これにより流動性の高い水アトマイズ粉末を効率よく製造可能な水アトマイズ粉末の製造方法、かかる水アトマイズ粉末の製造方法により製造された水アトマイズ粉末、およびこの水アトマイズ粉末を用いて、高密度で寸法精度に優れた焼結体を製造可能な焼結体の製造方法を提供すること

50

にある。

【課題を解決するための手段】

【0008】

上記目的は、下記の本発明により達成される。

本発明の水アトマイズ粉末の製造方法は、冷却水の水流に金属材料を溶融してなる熔融金属を衝突させ、前記熔融金属を飛散させて粉末化するとともに、冷却・固化させ、金属粉末が前記冷却水に懸濁してなる懸濁水を得る粉末化工程と、

前記分散液から前記冷却水を除去する脱水工程とを有し、

前記脱水工程の前または途中に、前記懸濁水中に、水溶性の有機アミン類を含む添加剤を添加することにより、前記金属粉末の表面が前記添加剤の被膜で被覆されてなる水アトマイズ粉末を得ることを特徴とする。

これにより、各粒子表面に潤滑性を有する被膜を備え、これにより流動性の高い水アトマイズ粉末を効率よく製造することができる。

【0009】

本発明の水アトマイズ粉末の製造方法では、前記水溶性の有機アミン類は、アルキルアミン、シクロアルキルアミン、アルカノールアミンおよびこれらの誘導体のうちの少なくとも1種であることが好ましい。

これらのアミン類は、十分な水溶性を有するとともに、十分な耐酸化性を有する被膜を形成することができる。

【0010】

本発明の水アトマイズ粉末の製造方法では、前記有機アミン類の誘導体は、有機アミン類の亜硝酸塩、有機アミン類のカルボン酸塩または有機アミン類のクロム酸塩であることが好ましい。

これらのアミン類は、十分な水溶性を有するとともに、十分な耐酸化性を有する被膜を形成することができる。

【0011】

本発明の水アトマイズ粉末の製造方法では、前記水溶性の有機アミン類は、沸点が100超のものであることが好ましい。

このような有機アミン類は、脱水工程において気化してしまうことが防止される。その結果、脱水工程において有機アミン類が確実に残存し、被膜が確実に形成されることとなる。

【0012】

本発明の水アトマイズ粉末の製造方法では、前記水溶性の有機アミン類の添加量は、金属粉末の質量に対して0.005～10質量%であることが好ましい。

これにより、必要かつ十分な厚さの被膜を形成することができる。その結果、被膜に十分な潤滑性が付与されるとともに、被膜によって金属粉末の耐酸化性および耐候性の向上を図ることができる。

【0013】

本発明の水アトマイズ粉末の製造方法では、前記懸濁水を攪拌しつつ、前記添加剤を添加することが好ましい。

これにより、添加剤と金属粉末とが均一に混じり合うことができる。その結果、金属粉末の各粒子のそれぞれに、より均一な被膜を形成することができる。

本発明の水アトマイズ粉末の製造方法では、前記攪拌は、バッチ式の強制式ミキサーにより行うことが好ましい。

これにより、金属粉末と添加剤のように、混合割合に大きな差がある原材料を均一に混合することができ、被膜のさらなる均一化を図ることができる。

【0014】

本発明の水アトマイズ粉末の製造方法では、前記被膜の平均厚さは、1～20nmであることが好ましい。

これにより、被膜は、潤滑性や耐酸化性の観点から必要かつ十分な厚さを有するものと

10

20

30

40

50

なる。

本発明の水アトマイズ粉末の製造方法では、前記被膜は、その表面が疎水性を有するものであることが好ましい。

これにより、水アトマイズ粉末は、水分の付着や浸透を抑制し、水分による金属粉末の酸化を抑制することができる。その結果、水アトマイズ粉末は、特に優れた耐酸化性を有するものとなる。

#### 【0015】

本発明の水アトマイズ粉末の製造方法では、前記懸濁水における前記冷却水の含有率は、3～30質量%であることが好ましい。

これにより、有機アミン類が溶解した冷却水を、金属粉末の全体に確実に回すことができる。また、懸濁水を攪拌した場合には、攪拌に伴う発熱量を十分に抑制することができる。熱による金属粉末や添加剤の変質・劣化を防止することができる。

#### 【0016】

本発明の水アトマイズ粉末の製造方法では、前記金属粉末は、Fe基合金粉末であることが好ましい。

Fe基合金は、機械的特性に優れているため、水アトマイズ粉末およびこれを用いて製造された焼結体は、広範な用途に用いることができる。

本発明の水アトマイズ粉末の製造方法では、前記金属粉末の平均粒径は、1～30μmであることが好ましい。

このような粒径の金属粉末は、比表面積が極めて大きいため、各粒子が凝集し易く、本来流動性は低い。水アトマイズ粉末では、被膜の作用によってその流動性を十分に高めることができる。したがって、例えば粉末冶金の分野においては、粒径の小さい水アトマイズ粉末を高密度に充填することができるため、高密度の焼結体を容易に製造することができる。また、このような粒径の金属粉末を用いることによって、焼結体中の結晶粒径が小さくなり、その機械的強度を飛躍的に高めることができる。したがって、このような水アトマイズ粉末を用いて製造された焼結体は、特に高強度なものとなる。

#### 【0017】

本発明の水アトマイズ粉末は、本発明の方法により製造されたことを特徴とする。

これにより、流動性に優れた水アトマイズ粉末が得られる。

本発明の焼結体の製造方法は、本発明の水アトマイズ粉末と、有機バインダとを混合し、得られた混合物を所定の形状に成形して成形体を得る成形工程と、

前記成形体を脱脂し、脱脂体を得る脱脂工程と、

前記脱脂体を焼成し、焼結体を得る焼成工程とを有することを特徴とする。

これにより、高密度で寸法精度に優れた焼結体を得られる。

本発明の焼結体の製造方法では、前記水アトマイズ粉末中の前記被膜は、前記脱脂工程において除去されることが好ましい。

これにより、特に高密度の焼結体を得られる。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0018】

以下、本発明の水アトマイズ粉末の製造方法、水アトマイズ粉末および焼結体の製造方法について、添付図面に示す好適な実施形態に基づいて説明する。

#### ＜水アトマイズ粉末の製造方法＞

まず、本発明の水アトマイズ粉末およびその製造方法について説明する。

本発明の水アトマイズ粉末の製造方法によれば、各粒子の表面に被膜を形成することによって、流動性の高い水アトマイズ粉末を効率よく製造し得ることができる。

また、本発明の焼結体の製造方法によれば、上記のようにして製造された水アトマイズ粉末を、所定の形状に成形して成形体とした後、この成形体を脱脂・焼成することによって、寸法精度に優れ、かつ高比重の焼結体を効率よく製造することができる。

#### 【0019】

図1は、本発明の水アトマイズ粉末の製造方法の実施形態を説明するための工程図であ

10

20

30

40

50

る。

本発明の水アトマイズ粉末の製造方法は、図１に示すように、[ A ] 原材料を溶解し、溶融金属 10 を得る溶融工程と、[ B ] 溶融金属 10 を粉末化し、金属粉末 20 を含む懸濁水 30 を得る粉末化工程と、[ C ] 得られた懸濁水 30 に添加剤 40 を添加した後、懸濁水 30 を乾燥させ、添加剤 40 の成分で金属粉末 20 の各粒子を被覆してなる水アトマイズ粉末 50 を得る脱水工程とを有する。

また、本発明の焼結体の製造方法は、図１に示すように、[ D ] 水アトマイズ粉末 50 を有機バインダ 60 と混合し、この混合物を成形して成形体 70 を得る成形工程と、[ E ] 成形体 70 を脱脂し、脱脂体 80 を得る脱脂工程と、[ F ] 脱脂体 80 を焼成し、焼結体 90 を得る焼成工程とを有する。

10

#### 【 0 0 2 0 】

以下、本発明の水アトマイズ粉末の製造方法および焼結体の製造方法について説明する前に、この製造方法に用いることのできる金属粉末製造装置（アトマイズ装置）について説明する。この金属粉末製造装置は、前記粉末化工程において溶融金属 10 を粉末化する際に用いる装置である。

図２は、金属粉末製造装置の構成を示す模式図（縦断面図）、図３は、図２中の一点鎖線で囲まれた領域 [ A ] の拡大詳細図（模式図）である。なお、以下の説明では、図２および図３中の上側を「上」、下側を「下」と言う。

図２に示す金属粉末製造装置 100 は、溶融金属 10 を水アトマイズ法により粉末化して、金属粉末 20 を得るために用いられるものである。このような金属粉末製造装置 100 は、溶融金属 10 を貯留し、供給する供給部（タンディシュ）102 と、供給部 102 の下方に設けられたノズル 103 とを有している。

20

#### 【 0 0 2 1 】

以下、各部の構成について説明する。

供給部 102 は、図２に示すように、有底筒状をなす部分を有している。この部分の内部空間 122 には、製造すべき金属粉末 20 の原材料（金属材料）を溶融した溶融金属 10 が一時的に収納される。

また、前記有底筒状の部分の底部 121 の中央部には、吐出口 123 が設けられている。この吐出口 123 からは、内部空間 122 内の溶融金属 10 が下方に向かって自然落下により吐出される。

30

#### 【 0 0 2 2 】

供給部 102 の下方には、ノズル 103 が設けられている。

このノズル 103 には、供給部 102 から供給された（吐出された）溶融金属 10 が通過する第１の流路（溶湯流路）131 と、冷却水 25 を供給する給水源（図示せず）からの冷却水 25 が通過する第２の流路 132 とが形成されている。

このうち、第１の流路 131 は、横断面形状が円形をなしており、ノズル 103 の中央部に、鉛直方向に沿って形成されている。

#### 【 0 0 2 3 】

この第１の流路 131 は、図２に示すように、内径が上端面 141 から下方に向かって漸減する、すなわち、収斂形状をなす内径漸減部 133 を有している。この内径漸減部 133 では、ノズル 103 の上方の空気（気体）G が、後述するオリフィス 134 から噴射した冷却水 25 の流れに引き込まれる。内径漸減部 133 に引き込まれた空気 G は、内径漸減部 133 の内径が最小となる部分 1331（本実施形態では、オリフィス 134 が開口する部分）付近で、その流速が最大となる。このような空気 G の流れが生じることにより、第１の流路 131 の圧力（気圧）は、上方からこの部分 1331 に向かって徐々に低下する。

40

#### 【 0 0 2 4 】

したがって、吐出口 123 から吐出された溶融金属 10 が、第１の流路 131 の上端の投入口から投入され、第１の流路 131 を通過する際に、上記のような減圧された領域を通過する。この通過の際、溶融金属 10 が密集しようとする力よりも周囲の減圧の程度が

50

大きくなると、熔融金属 10 が飛散（一次分裂）する。そして、熔融金属 10 は、多数の液滴 11 となる。

【0025】

また、本実施形態では、内径漸減部 133 の内径が最小となる部分 1331 付近で、熔融金属 10 が一次分裂するとしたが、この位置（一次分裂位置）は、内径漸減部 133 やオリフィス 134 の形状等に応じて変化するため、前述の位置に限定されない。

第 2 の流路 132 は、図 3 に示すように、第 1 の流路 131 の下端部に開口するオリフィス 134 と、冷却水 25 を一時的に貯留する貯留部 135 と、貯留部 135 からオリフィス 134 に冷却水 25 を導入する導入路 136 とにより構成されている。

【0026】

貯留部 135 は、前記給水源に接続され、当該給水源から冷却水 25 が供給される部位である。この貯留部 135 は、導入路 136 を介して、オリフィス 134 と連通している。

導入路 136 は、その縦断面形状がくさび状をなす部位である。導入路 136 がこのような形状をなしていることにより、貯留部 135 から流入した冷却水 25 の流速を徐々に高めることができる。これにより、この流速が高まった状態の冷却水 25 を、オリフィス 134 から安定して噴射することができる。

【0027】

オリフィス 134 は、貯留部 135、導入路 136 を順に通過した冷却水 25 を、第 1 の流路 131 に噴射（噴出）する部位である。

このオリフィス 134 は、第 1 の流路 131 の内周面の全周にわたってスリット状に開口している。また、オリフィス 134 は、第 1 の流路 131 の中心軸 O に対して傾斜する方向に開口している。

【0028】

このように形成されたオリフィス 134 により、冷却水 25 は、頂部 26 が下方に位置し、ほぼ円錐形状をなす水ジェット 251 として噴射される（図 3 参照）。この水ジェット 251 に液滴 11 が接触して飛散（二次分裂）され、さらに微細化される。

また、この際、液滴 11 は、冷却・固化される。これにより、金属粉末 20 が製造される。

【0029】

このようにして製造された金属粉末 20 は、金属粉末製造装置 100 の下部に設けられた容器（図示せず）に回収される。

このような第 1 の流路 131 および第 2 の流路 132 を有するノズル 103 は、図 2 に示すように、円盤状（リング状）の第 1 の部材 104 と、第 1 の部材 104 と同心的に設けられた円盤状（リング状）の第 2 の部材 105 とで構成されている。第 2 の部材 105 は、第 1 の部材 104 の下方に間隙 137 を介して設けられている。

【0030】

すなわち、このように配置された第 1 の部材 104 と第 2 の部材 105 とにより、第 2 の流路 132、すなわち、オリフィス 134、導入路 136 および貯留部 135 が画成される。

第 1 の部材 104 および第 2 の部材 105 の構成材料としては、特に限定されないが、例えば、各種金属材料を用いることができ、特に、ステンレス鋼を用いるのが好ましい。

【0031】

次に、前述した図 1 に示す各工程について順次説明する。

図 4 は、脱水工程において用いるミキサーを示す縦断面図である。なお、以下の説明では、図 4 中の上側を「上」、下側を「下」と言う。

[A] 熔融工程

まず、金属粉末 20 を得るための原材料を熔融し、熔融金属 10 を得る。

原材料の熔融は、供給部 102 内で行うようにしてもよいが、別途設けられた熔融炉等で行うようにしてもよい。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 3 2 】

## [ B ] 粉末化工程

次に、溶融金属 1 0 を金属粉末製造装置 1 0 0 の供給部 1 0 2 内に投入し、第 1 の流路 1 3 1 の内径漸減部 1 3 3 に向けて吐出口 1 2 3 から溶融金属 1 0 を吐出する。

このとき、オリフィス 1 3 4 から水ジェット 2 5 1 をあらかじめ噴射した状態にしておく。吐出口 1 2 3 から吐出された溶融金属 1 0 は、内径漸減部 1 3 3 を通過しつつ、内径漸減部 1 3 3 の内径が最小となる部分 1 3 3 1 付近で一次分裂する。これにより、液滴 1 1 が生成される。

## 【 0 0 3 3 】

この液滴 1 1 は、水ジェット 2 5 1 と衝突して、さらに微細化（二次分裂）されるとともに、急激に冷却されて固化に至る（アトマイズ法）。このようにして、液滴 1 1 は金属粉末 2 0 となる。得られた金属粉末 2 0 は、冷却水 2 5（水ジェット 2 5 1）とともに流下する。このようにして、金属粉末 2 0 が冷却水 2 5 に懸濁してなる懸濁水 3 0 が得られる。

10

## 【 0 0 3 4 】

## [ C ] 脱水工程

次に、懸濁水 3 0 に添加剤 4 0 を添加した後、懸濁水 3 0 を乾燥させる。これにより、添加剤 4 0 の成分で金属粉末 2 0 の各粒子を被覆してなる水アトマイズ粉末 5 0 が得られる。

本発明では、添加剤 4 0 として、水溶性の有機アミン類を含む添加剤を用いる。添加剤 4 0 は、懸濁水 3 0 中に溶解し、懸濁水 3 0 の全体に拡散する。

20

## 【 0 0 3 5 】

その後、懸濁水 3 0 を乾燥させる。この懸濁水 3 0 の乾燥は、懸濁水 3 0 中から冷却水 2 5 を除去し得る方法であれば、いかなる方法で行われてもよい。

例えば、懸濁水 3 0 を攪拌しつつ乾燥する場合、懸濁水 3 0 の攪拌は、バッチ式、連続式等の各種ミキサーにより行うことができ、さらにバッチ式ミキサーにも強制式、重力式等の方式があるが、好ましくは図 4 に示すようなバッチ式の強制式ミキサー 2 0 0 により行う。以下、ミキサー 2 0 0 を用いて懸濁水 3 0 を攪拌しつつ乾燥する方法について詳述する。

## 【 0 0 3 6 】

30

図 4 に示すミキサー 2 0 0 は、台座 2 0 1 と、台座 2 0 1 上に鉛直方向に沿って設けられた支柱 2 0 2 と、支柱 2 0 2 の上端から支柱 2 0 2 の左右に伸びる支持部 2 0 3 とを有している。

また、ミキサー 2 0 0 は、容器 2 0 4 と、容器 2 0 4 の蓋部 2 0 5 と、容器 2 0 4 の内部で回転し、容器 2 0 4 内の内容物を攪拌する 2 つの攪拌翼 2 0 6、2 0 6 とを有している。そして、蓋部 2 0 5 は、支持部 2 0 3 の左端に固定されている。一方、蓋部 2 0 5 と容器 2 0 4 とは分離可能になっており、容器 2 0 4 は、支柱 2 0 2 に沿って上下に移動可能になっている。これにより、容器 2 0 4 を上下に移動することにより、容器 2 0 4 に対して蓋部 2 0 5 を開閉することができる。

## 【 0 0 3 7 】

40

また、支持部 2 0 3 の右側にはモータ 2 0 7 が設けられている。さらに、蓋部 2 0 5 を貫通するように回転軸（図示せず）が挿通されている。この回転軸の下部は、各攪拌翼 2 0 6、2 0 6 に固定されており、一方、回転軸の上部は、図示しない動力伝達機構を介してモータ 2 0 7 の動力を受けるようになっている。このような機構により、モータ 2 0 7 によって各攪拌翼 2 0 6、2 0 6 を回転させることができる。このようにして各攪拌翼 2 0 6、2 0 6 が回転することにより、容器 2 0 4 内の内容物を攪拌することができる。

## 【 0 0 3 8 】

また、容器 2 0 4 の外側面には、スチーム（水蒸気）が通過する流路 2 0 8 が隣接している。この流路 2 0 8 にスチームを流すことにより、容器 2 0 4 とスチームとの間の熱交換を利用して、懸濁水 3 0 を乾燥させることができる。

50

このようなミキサー 200 の容器 204 内に懸濁水 30 を投入する。続いて、添加剤 40 も容器 204 内に添加する。

【0039】

懸濁水 30 にこのような添加剤 40 が添加されると、水溶性の有機アミン類の分子が金属粉末 20 の各粒子の表面に吸着し、これにより各粒子の表面に被膜 41 が形成される。

その後、懸濁水 30 を脱水・乾燥させることによって、水アトマイズ粉末 50 が得られる。

また、ミキサー 200 によって懸濁水 30 を攪拌することにより、金属粉末 20 と添加剤 40 のように、混合割合に大きな差がある原材料を均一に混合するのに適しているため、被膜 41 のさらなる均一化を図ることができる。

10

【0040】

ここで、水溶性の有機アミン類について詳述する。

この有機アミン類は、水溶性を有しているため、前述したように懸濁水 30 の全体に速やかに分散することができる。これにより、有機アミン類を懸濁水 30 の全体に行き渡らせることができ、金属粉末 20 の全体にわたって有機アミン類が均一に接触するため、均一な被膜 41 を形成することができる。

【0041】

また、水溶性の有機アミン類は、懸濁水 30 中に溶解し、分子がバラバラに分散する。各分子にはアミノ基が含まれているが、このアミノ基は極性基であるため、金属粉末 20 の各粒子の表面に速やかに吸着することができる。これは、極性基が有する孤立電子対と、金属粉末 20 の各粒子表面の吸着サイトとの相互作用によって、有機アミノ類と金属粉末 20 とが効率的に吸着しているものと推察される。その結果、有機アミン類は、各粒子の表面に緻密で強固な被膜 41 を形成することができる。

20

【0042】

このようにして形成された被膜 41 は、金属粉末 20 の各粒子の表面にある凹凸を緩和することによって、表面の平滑性を高めることができる。これにより、各粒子同士の潤滑性が高くなり、水アトマイズ粉末 50 は、流動性に優れたものとなる。それに加え、被膜 41 は、金属粉末 20 が酸素や水分等に直接触れるのを防止するため、水アトマイズ粉末 50 は、耐酸化性および耐候性に優れたものとなる。

【0043】

懸濁水 30 に対する添加剤 40 の添加量は、有機アミン類の量に基づいて設定される。具体的には、添加剤 40 の添加量は、水アトマイズ粉末 50 の重量に対して 0.005 ~ 10 質量%となるような量であるのが好ましく、0.01 ~ 5 質量%程度となるような量であるのがより好ましい。これにより、必要かつ十分な厚さの被膜 41 を形成することができる。その結果、被膜 41 に十分な平滑性が付与されるとともに、被膜 41 によって金属粉末 20 の耐酸化性および耐候性の向上を図ることができる。

30

【0044】

本発明で用いる有機アミン類としては、例えば、アルキルアミン類、シクロアルキルアミン類、アルカノールアミン類、アリルアミン類、アリールアミン類、アルコキシアミン類、またはこれらの誘導体等の中から水溶性のものが挙げられるが、この中でも特にアルキルアミン類、シクロアルキルアミン類、アルカノールアミン類およびこれらの誘導体のうちの少なくとも 1 種が好ましく用いられる。これらのアミン類は、十分な水溶性を有するとともに、十分な耐酸化性を有する被膜 41 を形成することができる。

40

【0045】

アルキルアミン類としては、例えば、n-ヘキシルアミン、n-ヘプチルアミン、n-オクチルアミン（ノルマルオクチルアミン）、2-エチルヘキシルアミンのようなモノアルキルアミン類、ジイソブチルアミンのようなジアルキルアミン類、ジイソプロピルエチルアミンのようなトリアルキルアミン類等が挙げられる。

また、シクロアルキルアミン類としては、例えば、シクロヘキシルアミン、ジシクロヘキシルアミン等が挙げられる。

50

## 【 0 0 4 6 】

また、アルカノールアミン類としては、例えば、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、モノプロパノールアミン、ジプロパノールアミン、トリプロパノールアミン、N, N - ジメチルエタノールアミン、N, N - ジエチルエタノールアミン、N - アミノエチルエタノールアミン、N - メチルエタノールアミン、N - メチルジエタノールアミン等が挙げられる。

## 【 0 0 4 7 】

さらに、これらの有機アミン類の誘導体としては、特に限定されないが、好ましくは有機アミン類の亜硝酸塩、有機アミン類のカルボン酸塩、有機アミン類のクロム酸塩等を用いることができる。このようなアミン類も、十分な水溶性を有するとともに、十分な耐酸化性を有する被膜 4 1 を形成することができる。

また、水溶性の有機アミン類は、沸点が 1 0 0 超のものが好ましく用いられる。このような有機アミン類は、脱水工程において気化してしまうことが防止される。その結果、脱水工程において有機アミン類が確実に残存し、被膜 4 1 が確実に形成されることとなる。

## 【 0 0 4 8 】

また、添加剤 4 0 には、前述したような有機アミン類以外の成分を含んでいてもよい。かかる成分としては、例えば、界面活性剤、有機溶剤等が挙げられる。

界面活性剤には、例えば、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、両性界面活性剤、非イオン性界面活性剤等を用いることができる。

また、添加剤 4 0 を添加した後、ミキサー 2 0 0 によって懸濁水 3 0 を攪拌することにより、添加剤 4 0 が金属粉末 2 0 と均一に混じり合うことができる。その結果、金属粉末 2 0 の各粒子のそれぞれに、より均一な被膜 4 1 を形成することができる。特にミキサー 2 0 0 は、金属粉末 2 0 と添加剤 4 0 のように、混合割合に大きな差がある原材料を均一に混合するのに適しているため、被膜 4 1 のさらなる均一化を図ることができる。

## 【 0 0 4 9 】

また、図 4 に示すミキサー 2 0 0 では、懸濁水 3 0 を攪拌しつつ、容器 2 0 4 の外側面に隣接して設けられた流路にスチームを流すことによって懸濁水 3 0 を乾燥させる。

なお、懸濁水 3 0 の攪拌後、一旦、懸濁水 3 0 を濾過して水アトマイズ粉末 5 0 と冷却水 2 5 とを濾別した後に、スチームによる乾燥を行うようにしてもよい。

このようにして形成された被膜 4 1 は、その平均厚さが 1 ~ 2 0 n m 程度であるのが好ましく、1 ~ 5 n m 程度であるのがより好ましい。このような被膜 4 1 は、潤滑性や耐酸化性の観点から必要かつ十分な厚さを有するものとなる。なお、平均厚さが前記上限値を上回ってもよいが、例えば、本実施形態のように水アトマイズ粉末 5 0 を用いて金属粉末焼結体を製造するような場合に、多量の被膜 4 1 が焼結体中に残存してしまったり、焼結体の密度が低下してしまうのを防止することができる。

## 【 0 0 5 0 】

また、有機アミン類の極性基が金属粉末 2 0 の表面に吸着したとき、有機アミン類の疎水性基がその反対側に露出する。特に前述したようなアルキルアミン類、シクロアルキルアミン類では、この傾向が顕著である。この場合、水アトマイズ粉末 5 0 (被膜 4 1) の表面は、疎水性を示す。このため、水アトマイズ粉末 5 0 は、水分の付着や浸透を抑制し、水分による金属粉末 2 0 の酸化を抑制することができる。このような理由から、水アトマイズ粉末 5 0 は、特に優れた耐酸化性を有するものとなる。

## 【 0 0 5 1 】

なお、本工程では、図 4 に示すミキサー 2 0 0 の懸濁水 3 0 における冷却水 2 5 の含有率は、3 ~ 3 0 質量%程度であるのが好ましく、5 ~ 2 0 質量%程度であるのがより好ましい。冷却水 2 5 を前記範囲内にすることにより、有機アミン類が溶解した冷却水 2 5 を、金属粉末 2 0 の全体に確実に回すことができる。これにより、攪拌に伴う発熱量を十分に抑制することができ、熱による金属粉末 2 0 や添加剤 4 0 の変質・劣化を防止することができる。

## 【 0 0 5 2 】

なお、含有率が前記下限値を下回った場合、冷却水 2 5 が金属粉末 2 0 の全体に行き渡らないばかりか、懸濁水 3 0 を攪拌した際の摩擦による発熱量が著しく増大するおそれがある。一方、含有率が前記上限値を上回った場合、除去すべき冷却水 2 5 の量が膨大になり、脱水工程に長時間を要するおそれがある。

また、本発明のように、脱水工程において、懸濁水 3 0 中に添加剤 4 0 を添加することによって、被膜 4 1 を形成するために必要最小限の量の添加剤 4 0 を添加しさえすれば、効率的に被膜 4 1 が形成される。すなわち、添加剤 4 0 の消費量を抑制することができる。その結果、添加剤 4 0 による環境負荷を低減することができる。

以上のようにして、図 5 に示すような、金属粉末 2 0 と、その各粒子の表面を覆う被膜 4 1 とを有する水アトマイズ粉末 5 0 ( 本発明の水アトマイズ粉末 ) が得られる。

10

## 【 0 0 5 3 】

ここで、金属粉末 2 0 は、いかなる金属材料の粉末であってもよい。

具体的には、金属粉末 2 0 に用いられる金属材料として、例えば、Mg、Al、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Y、Zr、Nb、Mo、Pd、Ag、In、Sn、Sn、Ta、W、またはこれらの合金が挙げられる。

このうち、金属粉末 2 0 には、ステンレス鋼、ダイス鋼、高速度工具鋼、低炭素鋼、Fe-Ni 合金、Fe-Ni-Co 合金等の各種 Fe 基合金の粉末が好ましく用いられる。このような Fe 基合金は、機械的特性に優れているため、水アトマイズ粉末 5 0 およびこれを用いて製造された焼結体は、広範な用途に用いることができる。

20

## 【 0 0 5 4 】

なお、ステンレス鋼としては、例えば、SUS304、SUS316、SUS317、SUS329、SUS410、SUS430、SUS440、SUS630 等が挙げられる。

ここで、これらの Fe 基合金は、水アトマイズ法によって粉末化した場合、粒子の形状が異形状になり易いという問題があった。このため、金属粉末の流動性が低く、特に粉末冶金用の金属粉末として用いた場合、成形性の悪化を招き易かった。また、Fe 基合金は、比較的酸化し易いため、その粉末の取り扱いには、従来、密閉したり、非酸化性雰囲気中で保存する等の手間がかかるという問題もあった。

## 【 0 0 5 5 】

30

これに対し、水アトマイズ粉末 5 0 では、被膜 4 1 の表面の平滑性によって、異形状の粒子を含んでいても十分な流動性が得られる。このため、粉末冶金用の金属粉末として特に有用なものとなる。また、被膜 4 1 は耐酸化性および疎水性をも有していることから、内側の金属粉末 2 0 の酸化を確実に防止することができる。その結果、通常の大気雰囲気での保存も容易になり、水アトマイズ粉末 5 0 の低コスト化を図ることができる。

## 【 0 0 5 6 】

なお、金属粉末 2 0 の平均粒径は、特に限定されないが、好ましくは 1 ~ 30  $\mu\text{m}$  程度、より好ましくは 3 ~ 20  $\mu\text{m}$  程度とされる。このような比較的粒径の小さい金属粉末 2 0 は、比表面積が極めて大きいため、各粒子が凝集し易く、本来流動性は低い。水アトマイズ粉末 5 0 では、被膜 4 1 の作用によってその流動性を十分に高めることができる。したがって、粉末冶金の分野においては、粒径の小さい水アトマイズ粉末 5 0 を高密度に充填することができるため、高密度の焼結体を容易に製造することができる。また、金属材料の機械的強度は、結晶粒径の 1 / 2 乗に反比例して高まることが経験的に知られている。すなわち、粒径が小さい水アトマイズ粉末 5 0 を用いることによって、焼結体中の結晶粒径が小さくなり、その機械的強度を飛躍的に高めることができる。したがって、水アトマイズ粉末 5 0 を用いて製造された焼結体は、特に高強度なものとなる。

40

## 【 0 0 5 7 】

また、比表面積が大きいことによって、酸化され易いという問題もあるが、被膜 4 1 が有する耐酸化性によって、金属粉末 2 0 の酸化を抑制し、酸素含有率の低い焼結体を得られる。

50

なお、水アトマイズ粉末 50 の流動性は、例えばタップ密度によって定量的に評価される。

【0058】

具体的には、水アトマイズ粉末 50 のタップ密度は、金属粉末 20 のタップ密度よりも高くなる。このことから、被膜 41 の存在によって水アトマイズ粉末 50 の流動性が向上していることが定量的に示される。

より具体的には、水アトマイズ粉末 50 として、タップ密度が、金属粉末 20 のタップ密度の 1.05 倍以上のものが得られる。このようにタップ密度の十分な向上が図られた水アトマイズ粉末 50 は、例えば所定の形状に成形された際に、低比重の添加剤 40 の添加を補って余りある十分な充填性を示す。すなわち、被膜金属粉末 50 を形成してなる成形体は、低比重の被膜 41 を含んでいるので、金属粉末 20 のみで成形体を形成する場合に比べて密度が低くなるおそれがあるが、被膜金属粉末 50 の流動性の向上がこの密度の低下を補って余りあるので、より高密度のものとなる。

【0059】

なお、水アトマイズ粉末 50 のタップ密度の上限は、流動性が高ければよいので特に限定されないが、理論的には、金属粉末 20 の構成材料の真密度未満である。

金属粉末 20 が Fe 基合金粉末である場合、水アトマイズ粉末 50 としてタップ密度が  $4.5 \text{ g/cm}^3$  以上のものを得ることができる。このような高タップ密度の水アトマイズ粉末 50 は、十分な流動性を有していると言えるので、特に、高密度の焼結体を製造可能な粉末冶金用の金属粉末として好適に用いられる。

【0060】

なお、本実施形態では、乾燥に先立って添加剤 40 を添加するようにしたが、乾燥の途中で添加剤 40 を添加するようにしてもよい。

また、溶融金属 10 を粉末化する金属粉末製造装置 100 の形態は、前述したものに限定されず、例えば、筒体の内壁面に沿って旋回する冷却水に溶融金属を接触させるような高速回転水流アトマイズ装置等であってもよい。

さらに、懸濁水 30 の攪拌・乾燥は個別に行うようにしてもよく、その場合、図 4 に示すミキサー以外の各種混合機と各種乾燥機を用いることができる。

【0061】

< 焼結体の製造方法 >

次に、本発明の焼結体の製造方法について説明する。

[D] 成形工程

まず、水アトマイズ粉末 50 と有機バインダ 60 とを混合する。

次いで、得られた混合物を、所定の形状に成形し、成形体 70 を得る。

【0062】

成形体の製造方法（成形方法）は、特に限定されず、例えば、金属粉末射出成形（MIM: Metal Injection Molding）法、圧縮成形（圧粉成形）法、押出成形法等が挙げられる。

このうち MIM 法は、比較的小型のものや、複雑で微細な形状の成形体をニアネット（最終形状に近い形状）で製造することができる。

【0063】

以下、成形方法の一例として、MIM 法による成形体 70 の製造について説明する。

まず、水アトマイズ粉末 50 と有機バインダ 60 とを混練し、混練物（またはこの混練物のペレット）を得る。次いで、この混練物を射出成形機により成形型内に射出し、所望の形状の成形体 70 を製造する。

このようにして得られた成形体 70 は、有機バインダ 60 中に水アトマイズ粉末 50 がほぼ均一に分散した状態となっている。

【0064】

ここで、水アトマイズ粉末 50 は、流動性に優れているため、混練物も優れた流動性を有するものとなる。このため、水アトマイズ粉末 50 を含む混練物は、成形型のキャピテ

10

20

30

40

50

ィの隅々まで確実に流れることができ、成形体 70 はキャピティの形状が忠実に転写されたものとなる。また、流動性が高いことによって、混練物は、キャピティ内に疎密なく均一に流れることができる。その結果、均質で個体差の少ない成形体 70 を効率よく作製することができる。

#### 【0065】

なお、製造される成形体 70 の形状寸法は、以後の脱脂および焼成による成形体 70 の収縮分を見込んで決定される。

射出成形の条件としては、用いる水アトマイズ粉末 50 の金属組成や粒径、有機バインダ 60 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、材料温度は、好ましくは 80 ~ 200 程度、射出圧力は、好ましくは 2 ~ 30 MPa ( 20 ~ 300 kgf / cm<sup>2</sup> ) 程度とされる。

10

#### 【0066】

また、前述したように、有機アミン類の極性基が金属粉末 20 の表面に吸着したとき、有機アミン類の疎水性基はその反対側に露出するため、被膜 41 の表面には疎水性が発現する。したがって、水アトマイズ粉末 50 の表面は親油性を示し、有機バインダ 60 に対して高い親和性（濡れ性）を有するものとなる。その結果、水アトマイズ粉末 50 と有機バインダ 60 との混合物（混練物）は、前述した親和性に基づいて高い流動性を有するものとなるため、形状転写性および充填性の高い成形体 70 を得ることができる。

#### 【0067】

##### [ E ] 脱脂工程

20

前記成形工程で得られた成形体 70 に対し、脱脂処理（脱バインダ処理）を施す。これにより、脱脂体 80 を得る。

脱脂処理は、成形体 70 を加熱することにより、熱分解によって成形体 70 中の有機バインダ 60 を除去する。

#### 【0068】

脱脂処理における加熱温度は、有機バインダ 60 の組成等に応じて若干異なるが、100 ~ 750 程度であるのが好ましく、150 ~ 600 程度であるのがより好ましい。成形体 70 中の有機バインダ 60 を効率よく除去することができる。

また、成形体 70 中の水アトマイズ粉末 50 の被膜 41 は、この脱脂工程において分解（または揮発）・除去されるものが好ましい。被膜 41 がこのような分解性（または揮発性）を有するように、その組成等を適宜設定することにより、最終的に得られる焼結体 90 中に被膜 41 の成分が残存するのを確実に防止することができる。

30

#### 【0069】

また、脱脂処理における加熱時間は、成形体 70 の体積や加熱温度に応じて異なるものの、加熱温度が前記範囲内であった場合、0.1 ~ 20 時間程度とするのが好ましく、0.5 ~ 15 時間程度とするのがより好ましい。これにより、成形体 70 の脱脂を必要かつ十分に行うことができる。

また、脱脂処理における雰囲気としては、例えば、窒素ガス、アルゴンガス等の不活性ガス雰囲気、水素ガス等の還元性ガス雰囲気、またはこれらを減圧した減圧（真空）雰囲気等が挙げられる。

40

#### 【0070】

なお、本脱脂工程において、成形体 70 中の有機バインダ 60 の全部を除去するのではなく、一部を残すようにしてもよい。

また、被膜 41 の主成分である水溶性の有機アミン類には、有機バインダ 60 よりも分解温度（または揮発温度）が低いものを用いるのが好ましい。これにより、脱脂工程において、被膜 41 が有機バインダ 60 よりも先に除去されることになる。その結果、被膜 41 が存在していた部分に空孔が形成される。この空孔は、必然的に成形体 70 の外部と連通しているため、昇温に伴って、今度は有機バインダ 60 の分解物がこの空孔を介して成形体 70 の外部に排出される。このようにして、有機バインダ 60 の突発的な揮発に伴い、成形体 70 に割れ等が生じるのを確実に防止しつつ、成形体 70 の脱脂をより効率よく

50

行うことができる。

【 0 0 7 1 】

なお、被膜 4 1 は金属粉末 2 0 の表面を覆うようにして、成形体 7 0 の全体に均一に分散しているので、前述した空孔も成形体 7 0 の全体にわたって均一に形成されることとなる。したがって、成形体 7 0 は、均一に脱脂されることになり、最終的に均質な焼結体 9 0 を得ることができる。

また、被膜 4 1 が先に除去される場合、本脱脂工程を、脱脂条件の異なる複数の過程（ステップ）に分けて行うようにしてもよい。すなわち、被膜 4 1 が除去され、有機バインダ 6 0 は除去されないような加熱温度で一定時間保持した後、今度は、有機バインダ 6 0 が除去されるような加熱温度で一定時間保持するようにすれば、前述したような空孔を介した有機バインダ 6 0 の除去が促進されることとなる。その結果、効率よく確実な脱脂処理が可能になる。

また、有機バインダ 6 0 は、前述した被膜 4 1 の主成分である水溶性の有機アミン類を含んでいるのが好ましい。これにより、被膜 4 1 の分解とともに、有機バインダ 6 0 の一部にも分解が生じる。その結果、本脱脂工程において、有機バインダ 6 0 の脱脂をさらに促進することができる。

【 0 0 7 2 】

[ F ] 焼成工程

前記脱脂工程で得られた脱脂体 8 0 を、焼成炉で焼成する。この焼結により、脱脂体 8 0 中の金属粉末 2 0 は、各粒子同士の界面で拡散が生じ、結晶組織となる。その結果、焼結体 9 0 が得られる。

焼成温度は、金属粉末 2 0 の組成や粒径等に応じて異なるものの、例えば、金属粉末 2 0 が Fe 基合金粉末である場合、1 0 0 0 ~ 1 4 0 0 程度であるのが好ましく、1 1 0 0 ~ 1 3 5 0 程度であるのがより好ましい。このような温度で脱脂体 8 0 を焼成することにより、結晶組織が必要以上に肥大化するのを防止することができる。その結果、微細な結晶組織を含み、機械的特性および化学的特性に優れた焼結体 9 0 を得ることができる。

【 0 0 7 3 】

また、焼成時間は、焼成温度を前記範囲内とする場合、0 . 2 ~ 7 時間程度であるのが好ましく、1 ~ 4 時間程度であるのがより好ましい。焼成時間を前記範囲内とすることにより、脱脂体 8 0 の焼結をより最適化して、結晶組織の肥大化を確実に防止しつつ焼結させることができる。

焼成の際の雰囲気は、特に限定されないが、水素、のような還元性雰囲気、窒素、ヘリウム、アルゴンのような不活性雰囲気、これら各雰囲気を減圧した減圧雰囲気等が挙げられる。

【 0 0 7 4 】

以上のようにして、焼結体 9 0 を得ることができる。

このようにして得られた焼結体 9 0 は、水アトマイズ粉末 5 0 の流動性が高いことから、成形体 7 0 の形状転写性および充填性が高くなり、その結果、寸法精度に優れた高密度のものとなる。

また、本発明では、金属粉末 2 0 を水アトマイズ法により形成しているため、得られた金属粉末 2 0 は、特に微細な（小粒径の）ものが得られる一方、異形状の粒子が多く含まれ、流動性が低くなるが、被膜 4 1 の作用によりこのような金属粉末 2 0 であっても高密度でかつ高強度の焼結体 9 0 が得られる。

【 0 0 7 5 】

さらに、水アトマイズ粉末 5 0 の各粒子が備える被膜 4 1 は、金属粉末 2 0 を保護し、金属粉末 2 0 の酸化を防止することができる。このため、水アトマイズ粉末 5 0 は、耐酸化性および耐候性に優れたものとなる。そして、この水アトマイズ粉末 5 0 を用いて製造された焼結体 9 0 は、酸素含有率が低く、耐酸化性および耐候性等の化学的特性に加え、電磁気的特性や機械的特性にも優れた高品位のものが得られる。

## 【 0 0 7 6 】

以上、本発明の水アトマイズ粉末の製造方法、水アトマイズ粉末および焼結体の製造方法について、好適な実施形態に基づいて説明したが、本発明はこれに限定されるものではない。

例えば、水アトマイズ粉末の製造方法および焼結体の製造方法では、必要に応じて、任意の工程を追加することもできる。

## 【 0 0 7 7 】

また、本発明の水アトマイズ粉末は、例えば、ショットブラストに用いる研削材や、溶射材料等としても好適である。例えば、本発明の水アトマイズ粉末を研削材として用いた場合、極めて小さな粒径であっても高い流動性を示す研削材となるため、研削面の平滑性を維持しつつ、均一に研削することが可能になる。また、本発明の水アトマイズ粉末を溶射材料として用いた場合には、溶射材料の流動性が高いため、溶射面に材料の塊が出来難くなり、均一な溶射膜を形成することが可能になる。

10

## 【実施例】

## 【 0 0 7 8 】

次に、本発明の具体的実施例について説明する。

## 1. 水アトマイズ粉末および焼結体の製造

## (実施例 1)

[ 1 ] まず、原材料として F e 基合金 ( A I S I 4 3 4 0 ) を高周波誘導炉で熔融するとともに、図 2 に示す金属粉末製造装置を用いて水アトマイズ法により熔融金属を粉末化した。これにより金属粉末を得た。

20

## 【 0 0 7 9 】

なお、A I S I 4 3 4 0 の組成 ( 鋼種 ) は、C : 0 . 3 8 ~ 0 . 4 3 質量 %、S i : 0 . 1 5 ~ 0 . 3 0 質量 %、M n : 0 . 6 0 ~ 0 . 8 0 質量 %、P : 0 . 0 3 5 質量 % 以下、S : 0 . 0 4 0 質量 % 以下、N i : 1 . 6 5 ~ 2 . 0 0 質量 %、C r : 0 . 7 0 ~ 0 . 9 0 質量 %、M o : 0 . 2 0 ~ 0 . 3 0 質量 %、F e : 残部である。

得られた金属粉末は、水アトマイズ法の際に熔融金属に向けて噴射した冷却水とともに、懸濁水の状態で回収される。

また、得られた金属粉末の平均粒径をレーザー回折方式の粒度分布測定装置 ( マイクロトラック、日機装株式会社製、H R A 9 3 2 0 - X 1 0 0 ) により行ったところ、平均粒径は 1 0  $\mu$  m であった。

30

## 【 0 0 8 0 】

[ 2 ] 次に、懸濁水を図 4 に示すミキサーに投入した。なお、ミキサーに投入した懸濁水中の水分含有率は、1 5 質量 % とした。

次いで、ミキサー中に、さらに添加剤としてアルキルアミン誘導体を添加した。なお、アルキルアミン誘導体の添加量は、金属粉末の質量に対して 0 . 0 4 5 質量 % になる量とした。

## 【 0 0 8 1 】

そして、懸濁水を攪拌しつつ乾燥させた。これにより、金属粉末の各粒子をアルキルアミン誘導体の被膜で被覆してなる被膜金属粉末を得た。

40

また、得られた水アトマイズ粉末について定性分析を行ったところ、アルキルアミン誘導体の存在が確認できた。このことから、前述したアルキルアミン誘導体は、乾燥によって揮発することなく、被膜として金属粉末の各粒子を被覆していると推察される。

なお、金属粉末の比表面積および添加剤の添加量から、水アトマイズ粉末の被膜の平均厚さを算出したところ、被膜の平均厚さは 3 n m であった。

[ 3 ] 次に、水アトマイズ粉末と、ポリプロピレンとワックスの混合物 ( 有機バインダ ) とを、質量比で 9 : 1 となるように秤量して混合原料を得た。

次に、混合原料を混練機で混練し、コンパウンドを得た。

## 【 0 0 8 2 】

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

50

## &lt; 成形条件 &gt;

- ・ 成形方法：射出成形法
- ・ 成形形状：20 mm 角の立方体形状
- ・ 材料温度：150
- ・ 射出圧力：11 MPa (110 kgf / cm<sup>2</sup>)

## 【0083】

[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。

## &lt; 脱脂条件 &gt;

- ・ 脱脂温度：520
- ・ 脱脂時間：5 時間
- ・ 脱脂雰囲気：窒素ガス雰囲気

10

## 【0084】

[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。このようにして焼結体を10個作製した。

## &lt; 焼成条件 &gt;

- ・ 焼成温度：1200
- ・ 焼成時間：2.5 時間
- ・ 焼成雰囲気：減圧 Ar 雰囲気
- ・ 雰囲気圧力：1.3 kPa (10 Torr)

20

## 【0085】

## (実施例2)

添加剤をシクロアルキルアミン誘導体に変更した以外は、前記実施例1と同様にして水アトマイズ粉末および焼結体(10個)を得た。

## (実施例3)

添加剤をアルカノールアミン誘導体に変更した以外は、前記実施例1と同様にして水アトマイズ粉末および焼結体(10個)を得た。

## 【0086】

## (実施例4)

原材料を、Fe 基合金(2% Ni - Fe)に変更した以外は、前記実施例1と同様にし

30

て、水アトマイズ粉末および焼結体(10個)を得た。  
 なお、2% Ni - Fe の組成は、C : 0.4 ~ 0.6 質量%、Si : 0.35 質量%以下、Mn : 0.8 質量%以下、P : 0.03 質量%以下、S : 0.045 質量%以下、Ni : 1.5 ~ 2.5 質量%、Cr : 0.2 質量%以下、Fe : 残部である。

また、得られた金属粉末の平均粒径は6 μmであった。

## 【0087】

## (実施例5)

原材料を、Fe 基合金(SUS - 316L)に変更し、水アトマイズ法の条件を変更した以外は、前記実施例1と同様にして、水アトマイズ粉末および焼結体(10個)を得た。

40

なお、得られた金属粉末の平均粒径は4 μmであった。

## 【0088】

## (実施例6)

原材料を、Fe 基合金(SUS - 316L)に変更し、水アトマイズ法の条件を変更した以外は、前記実施例1と同様にして、水アトマイズ粉末および焼結体(10個)を得た。

なお、得られた金属粉末の平均粒径は8 μmであった。

## 【0089】

## (実施例7)

原材料を、9.5 Cr - 3 Si に変更し、水アトマイズ法の条件を変更した以外は、前

50

記実施例 1 と同様にして、水アトマイズ粉末および焼結体 ( 1 0 個 ) を得た。

なお、9 . 5 C r - 3 S i の組成は、C : 0 . 0 1 5 質量 % 以下、S i : 2 . 9 0 ~ 3 . 3 0 質量 %、M n : 0 . 2 0 質量 % 以下、P : 0 . 0 4 0 質量 % 以下、S : 0 . 0 2 0 質量 % 以下、N i : 2 . 0 0 質量 % 以下、C r : 9 . 1 0 ~ 9 . 7 0 質量 %、M o : 0 . 2 0 質量 % 以下、F e : 残部である。

また、得られた金属粉末の平均粒径 2 3  $\mu$  m であった。

【 0 0 9 0 】

( 実施例 8 )

原材料を、N i - 2 0 C r - L C に変更し、水アトマイズ法の条件を変更した以外は、前記実施例 1 と同様にして、水アトマイズ粉末および焼結体 ( 1 0 個 ) を得た。

なお、N i - 2 0 C r - L C の組成は、C : 0 . 0 3 質量 % 以下、S i : 0 . 5 0 ~ 1 . 2 0 質量 %、M n : 0 . 5 0 質量 % 以下、P : 0 . 0 3 5 質量 % 以下、S : 0 . 0 3 0 質量 % 以下、F e : 0 . 5 0 質量 % 以下、C r : 1 9 . 0 0 ~ 2 1 . 0 0 質量 %、N i : 残部である。

また、得られた金属粉末の平均粒径 3 3  $\mu$  m であった。

【 0 0 9 1 】

( 比較例 1 )

添加剤の添加を省略した以外は、前記実施例 1 と同様にして金属粉末および焼結体 ( 1 0 個 ) を得た。

( 比較例 2 )

添加剤の添加を省略した以外は、前記実施例 4 と同様にして金属粉末および焼結体 ( 1 0 個 ) を得た。

【 0 0 9 2 】

( 比較例 3 )

添加剤の添加を省略した以外は、前記実施例 5 と同様にして金属粉末および焼結体 ( 1 0 個 ) を得た。

( 比較例 4 )

添加剤の添加を省略した以外は、前記実施例 6 と同様にして金属粉末および焼結体 ( 1 0 個 ) を得た。

【 0 0 9 3 】

( 比較例 5 )

添加剤の添加を省略した以外は、前記実施例 7 と同様にして金属粉末および焼結体 ( 1 0 個 ) を得た。

( 比較例 6 )

添加剤の添加を省略した以外は、前記実施例 8 と同様にして金属粉末および焼結体 ( 1 0 個 ) を得た。

【 0 0 9 4 】

( 比較例 7 )

懸濁水への添加剤の添加を省略するとともに、コンパウンド中に非水溶性のステアリン酸亜鉛 ( 脂肪酸金属塩 ) を 0 . 0 1 質量 % の割合で添加した以外は、前記実施例 1 と同様にして金属粉末および焼結体 ( 1 0 個 ) を得た。

( 比較例 8 )

懸濁水への添加剤の添加を省略するとともに、コンパウンド中に非水溶性のステアリン酸亜鉛 ( 脂肪酸金属塩 ) を 0 . 0 1 質量 % の割合で添加した以外は、前記実施例 4 と同様にして金属粉末および焼結体 ( 1 0 個 ) を得た。

【 0 0 9 5 】

( 比較例 9 )

懸濁水への添加剤の添加を省略するとともに、コンパウンド中に非水溶性のステアリン酸アミドを 0 . 0 1 質量 % の割合で添加した以外は、前記実施例 1 と同様にして金属粉末および焼結体 ( 1 0 個 ) を得た。

## (比較例 10)

懸濁水への添加剤の添加を省略するとともに、コンパウンド中に非水溶性のステアリン酸アミドを 0.01 質量%の割合で添加した以外は、前記実施例 4 と同様にして金属粉末および焼結体 (10 個) を得た。

## 【0096】

## 2. 評価

## 2.1 粉末流動性の評価

各実施例および各比較例で得られた水アトマイズ粉末の流動性を評価するため、JIS Z 2512 に規定の方法に基づき、水アトマイズ粉末のタップ密度を測定した。

## 【0097】

## 2.2 焼結体の寸法精度の評価

各実施例および各比較例で得られた焼結体について、寸法精度を評価した。なお、寸法精度の評価にあたっては、金属粉末射出成形法を用いた粉末冶金分野における一般公差 ( $\pm 0.5\%$ ) と以下の評価基準に基づいて評価した。

## &lt; 寸法精度の評価基準 &gt;

：全ての焼結体が一般公差内である

○：一般公差から外れた焼結体が 1 個である

：一般公差から外れた焼結体が 2 ~ 4 個である

×：一般公差から外れた焼結体が 5 個以上である

## 【0098】

## 2.3 焼結体の相対密度の評価

各実施例および各比較例で得られた焼結体について、アルキメデス法により密度を測定した。そして、各原材料の真密度から相対密度を算出した。

## 2.4 焼結体中の酸素含有率の測定

各実施例および各比較例で得られた焼結体の酸素含有率を、酸素窒素同時分析装置 (LECO 社製、TC-300 型) により測定した。

以上、2.1 ~ 2.4 の測定結果を表 1 に示す。

## 【0099】

10

20

【表 1】

表 1

|       | 粉末冶金用金属粉末および焼結体の製造条件 |                           |                    | 粉末冶金用金属粉末および焼結体の評価結果                |      |             |                |
|-------|----------------------|---------------------------|--------------------|-------------------------------------|------|-------------|----------------|
|       | 鋼種                   | 平均粒径<br>[ $\mu\text{m}$ ] | 添加剤                | タップ密度<br>[ $\text{g}/\text{cm}^3$ ] | 寸法精度 | 相対密度<br>[%] | 酸素含有率<br>[ppm] |
| 実施例1  | AISI 4340            | 10                        | アルキルアミン誘導体(水溶性)    | 4.95                                | ◎    | 96.1        | 1700           |
| 実施例2  | AISI 4340            | 10                        | シクロアルキルアミン誘導体(水溶性) | 5.01                                | ◎    | 96.6        | 1400           |
| 実施例3  | AISI 4340            | 10                        | アルカノールアミン誘導体(水溶性)  | 4.87                                | ◎    | 95.8        | 2100           |
| 実施例4  | 2%Ni-Fe              | 6                         | アルキルアミン誘導体(水溶性)    | 4.50                                | ◎    | 94.6        | 2200           |
| 実施例5  | SUS-316L             | 4                         | アルキルアミン誘導体(水溶性)    | 4.55                                | ◎    | 94.3        | 1800           |
| 実施例6  | SUS-316L             | 8                         | アルキルアミン誘導体(水溶性)    | 4.87                                | ◎    | 94.7        | 2000           |
| 実施例7  | 9.5Cr-3Si            | 23                        | アルキルアミン誘導体(水溶性)    | 4.59                                | ◎    | 93.6        | 700            |
| 実施例8  | Ni-20Cr-LC           | 33                        | アルキルアミン誘導体(水溶性)    | 4.50                                | ◎    | 91.8        | 1100           |
| 比較例1  | AISI 4340            | 10                        | —                  | 4.41                                | △    | 93.5        | 4200           |
| 比較例2  | 2%Ni-Fe              | 6                         | —                  | 3.94                                | △    | 92.1        | 4700           |
| 比較例3  | SUS-316L             | 4                         | —                  | 3.98                                | △    | 91.8        | 2800           |
| 比較例4  | SUS-316L             | 8                         | —                  | 4.35                                | △    | 92.3        | 3000           |
| 比較例5  | 9.5Cr-3Si            | 23                        | —                  | 4.37                                | △    | 92.4        | 1100           |
| 比較例6  | Ni-20Cr-LC           | 33                        | —                  | 4.49                                | △    | 91.6        | 1800           |
| 比較例7  | AISI 4340            | 10                        | ステアリン酸亜鉛(非水溶性)     | 4.41                                | ○    | 94.5        | 4300           |
| 比較例8  | 2%Ni-Fe              | 6                         | ステアリン酸亜鉛(非水溶性)     | 3.94                                | ○    | 92.9        | 4600           |
| 比較例9  | AISI 4340            | 10                        | ステアリン酸アミド(非水溶性)    | 4.41                                | ○    | 94.9        | 4500           |
| 比較例10 | 2%Ni-Fe              | 6                         | ステアリン酸アミド(非水溶性)    | 3.94                                | ○    | 93.1        | 4800           |

【0100】

表 1 から明らかなように、各実施例で得られた金属粉末（水アトマイズ粉末）は、各比較例で得られた金属粉末に比べてタップ密度が高かった。このため、各実施例で得られた粉末冶金用金属粉末は、流動性が高いことが明らかとなった。

また、各実施例では、いずれも各比較例に比べて寸法精度および相対密度が高く、酸素

10

20

30

40

50

含有率が低い高品位な焼結体を得られた。

また、各比較例 7 ~ 10 で得られた焼結体では、非水溶性の添加剤を用いたことによって、相対密度の若干の向上が認められたが、実施例 1 ~ 4 には及ばなかった。また、各比較例 7 ~ 10 で得られた焼結体は、酸素含有率が高かった。これは、金属粉末の製造後、コンパウンドの製造までの間に、金属粉末が酸化してしまったためと考えられる。

【図面の簡単な説明】

【0101】

【図 1】本発明の水アトマイズ粉末の製造方法の実施形態を説明するための工程図である。

【図 2】金属粉末製造装置の構成を示す模式図（縦断面図）である。

10

【図 3】図 2 中の一点鎖線で囲まれた領域 [ A ] の拡大詳細図（模式図）である。

【図 4】脱水工程において用いるミキサーを示す縦断面図である。

【図 5】本発明の水アトマイズ粉末の実施形態を示す断面図である。

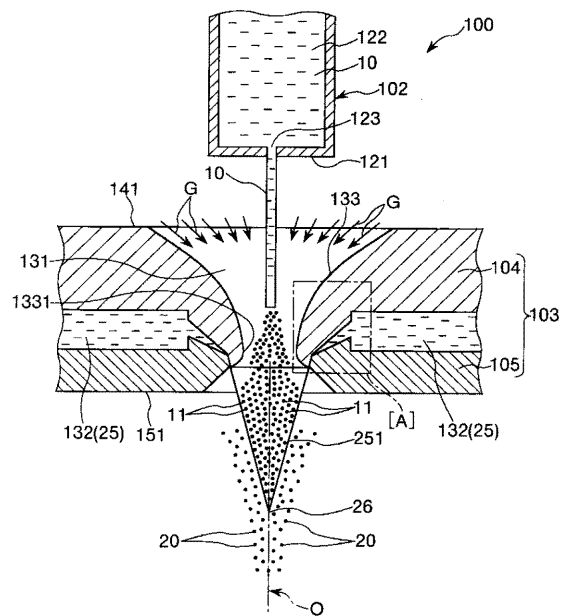
【符号の説明】

【0102】

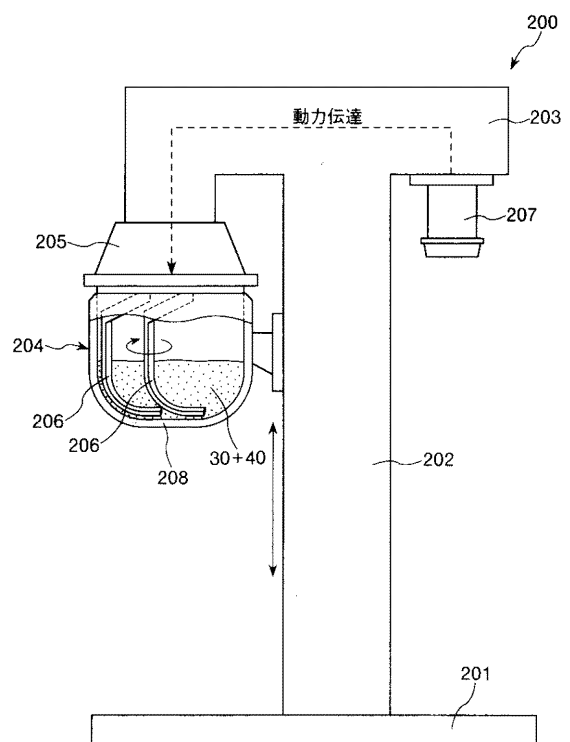
10 ... 溶融金属 11 ... 液滴 20 ... 金属粉末 25 ... 冷却水 251 ... 水  
 ジェット 26 ... 頂部 30 ... 懸濁水 40 ... 添加剤 41 ... 被膜 50 ... 水  
 アトマイズ粉末 60 ... 有機バインダ 70 ... 成形体 80 ... 脱脂体 90 ... 焼  
 結体 100 ... 金属粉末製造装置（アトマイザ） 102 ... 供給部 121 ... 底部  
 122 ... 内部空間（内腔部） 123 ... 吐出口 103 ... ノズル 131 ... 第  
 1 の流路 132 ... 第 2 の流路 133 ... 内径漸減部 1331 ... 部分 134 ...  
 ...オリフィス 135 ... 貯留部 136 ... 導入路 137 ... 間隙 104 ... 第 1  
 の部材 141 ... 上端面 105 ... 第 2 の部材 151 ... 下端面 200 ... ミキ  
 サー 201 ... 台座 202 ... 支柱 203 ... 支持部 204 ... 容器 205 ...  
 ...蓋部 206 ... 攪拌翼 207 ... モータ 208 ... 流路 G ... 空気（気体）  
 O ... 中心軸

20

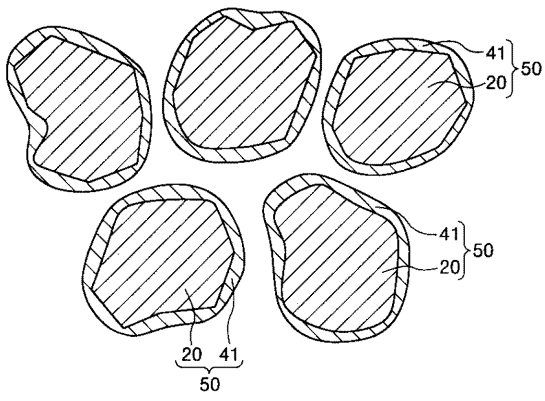
【 図 2 】



【 図 4 】



【図 5】



## フロントページの続き

| (51) Int. Cl.           | F I                   | テーマコード (参考) |
|-------------------------|-----------------------|-------------|
| C 2 2 C 38/44 (2006.01) | C 2 2 C 38/00 3 0 2 Z |             |
| C 2 2 C 19/05 (2006.01) | C 2 2 C 38/40         |             |
|                         | C 2 2 C 38/44         |             |
|                         | C 2 2 C 19/05 Z       |             |

(72)発明者 田中 義慈

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

F ターム(参考) 4K017 AA04 BA06 CA07 EK01

4K018 AA24 AA30 AA32 AA33 AA35 BA13 BA15 BA16 BA17 BB04

BC30 CA07 CA11 CA29 DA03 DA11