

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7537491号
(P7537491)

(45)発行日 令和6年8月21日(2024.8.21)

(24)登録日 令和6年8月13日(2024.8.13)

(51)国際特許分類

F I

B 2 2 F	3/10	(2006.01)	B 2 2 F	3/10	C
C 2 2 C	38/00	(2006.01)	C 2 2 C	38/00	3 0 4
C 2 2 C	37/00	(2006.01)	C 2 2 C	38/00	3 0 1 Z
B 2 2 F	1/00	(2022.01)	C 2 2 C	37/00	Z
C 2 2 C	33/02	(2006.01)	B 2 2 F	1/00	S

請求項の数 9 (全14頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2022-511433(P2022-511433)
 (86)(22)出願日 令和2年4月1日(2020.4.1)
 (86)国際出願番号 PCT/JP2020/014983
 (87)国際公開番号 WO2021/199370
 (87)国際公開日 令和3年10月7日(2021.10.7)
 審査請求日 令和5年3月2日(2023.3.2)

(73)特許権者 000004455
株式会社レゾナック
東京都港区東新橋一丁目9番1号
 (74)代理人 100083806
弁理士 三好 秀和
 (74)代理人 100101247
弁理士 高橋 俊一
 (74)代理人 100095500
弁理士 伊藤 正和
 (74)代理人 100098327
弁理士 高松 俊雄
 (72)発明者 赤池 史有
東京都千代田区丸の内一丁目9番2号
昭和電工マテリアルズ株式会社内
 (72)発明者 小比田 智之

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 鉄基焼結体の製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

鉄基粉末を含む原料粉末及びステアリン酸亜鉛を含む成形体を脱ろうすること、及び前記脱ろうした成形体を焼結することを含み、

前記脱ろうは、窒素と、水蒸気とを含み、露点が0 以上30 以下である水蒸気含有窒素雰囲気を用意すること、前記水蒸気含有窒素雰囲気を300 ~ 500 に加熱し脱ろう部に供給すること、及び前記脱ろう部で前記成形体を580 以下で熱処理することを含む、鉄基焼結体の製造方法。

【請求項2】

前記水蒸気含有窒素雰囲気を、水蒸気と窒素雰囲気とを混合して用意することを含み、前記窒素雰囲気は、窒素が95体積%以上である、請求項1に記載の鉄基焼結体の製造方法。

【請求項3】

前記脱ろう部の雰囲気は、水素が5体積%未満である、請求項1又は2に記載の鉄基焼結体の製造方法。

【請求項4】

前記成形体の原料粉末は、0質量%超過20質量%以下のCuを含み、残部鉄及び不可避不純物からなる、請求項1から3のいずれか1項に記載の鉄基焼結体の製造方法。

【請求項5】

前記成形体の原料粉末は、Mn及びSが合計量で0.2質量%以下である、請求項1か

ら 4 のいずれか 1 項に記載の鉄基焼結体の製造方法。

【請求項 6】

前記成形体の原料粉末は、0 質量% 超過 5 質量% 以下の C をさらに含む、請求項 1 から 5 のいずれか 1 項に記載の鉄基焼結体の製造方法。

【請求項 7】

前記ステアリン酸亜鉛は、原料粉末 100 質量部に対して 0.05 ~ 5 質量部である、請求項 1 から 6 のいずれか 1 項に記載の鉄基焼結体の製造方法。

【請求項 8】

前記脱ろうと前記焼結とを連続焼結炉で行う、請求項 1 から 7 のいずれか 1 項に記載の鉄基焼結体の製造方法。

【請求項 9】

前記脱ろうは、温度及び雰囲気異なる区切られた複数の空間に成形体を通過させることで加熱するものであり、成形体の搬送方向に沿って、搬送方向上流側の脱ろう部の水蒸気含有窒素雰囲気の流量を少なくし、搬送方向下流側の脱ろう部の水蒸気含有窒素雰囲気の流量を多くして行う、請求項 8 に記載の鉄基焼結体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明の一実施形態は、鉄基焼結体の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

原料粉末を金型内で圧縮成形して得られた圧粉体を焼結する、いわゆる粉末冶金法は、ニアネットシェイプに造形できるので、後の機械加工による削り代が少なく材料損失が小さいこと、また一度金型を作製すれば同じ形状の製品が多量に生産できること等の理由から経済性に優れている。また、粉末冶金法は、通常の溶解によって製造される合金で得ることができない特殊な合金を製造できること等の理由から合金設計の幅が広い。このため自動車部品を始めとする機械部品に広く適用されている。

【0003】

粉末冶金法では、鉄基合金等の原料粉末を各種の成形方法によって成形し、得られる成形体を焼結することで、焼結体を得ることができる。

成形方法の一方法として加圧成形では、成形性を高めるために、原料粉末に潤滑剤を添加した混合粉末を用いて成形体を得ることができる。成形体に含まれる潤滑剤は、主に有機成分であるため、その後の熱処理において熱分解されて、焼結体から除去され得る。成形体を焼結するために高温で熱処理する前に、成形体から潤滑剤等を熱分解して除去するために比較的低温で熱処理して脱ろうする方法がある。

【0004】

脱ろう方法の一つとして、焼結炉にブタンガスを供給してバーナーで燃焼し、その燃焼排ガスによって成形体を直接加熱する方法がある。しかし、この方法では、炉内雰囲気を均一に加熱するように制御することが難しい問題がある。炉内雰囲気が均一であれば、脱ろうをより正確に制御することができるため、脱ろうにおいて成形体から潤滑剤等を適切に除去可能とし、さらに、得られる焼結体において均質な組成を得ることができる。

【0005】

一方で、脱ろうの炉内に供給されるガス種類についても検討されている。

特許文献 1 (特開平 8 - 260002 号公報) には、焼結体の表面に Mn S 由来の汚れが発生することを防止するために、鉄系圧粉成形体の脱ろう及び焼結において露点管理することが提案されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【文献】特開平 8 - 260002 号公報

10

20

30

40

50

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかし、脱ろうにおいてステアリン酸亜鉛の熱分解を促進して、焼結体表面に汚れが残らないようにするためには、さらに脱ろう条件の検討が必要とされる。また、単純に脱ろう条件を強化してステアリン酸亜鉛の熱分解を促進する場合は、鉄基焼結体の金属組織に影響を及ぼす問題がある。

本発明の一実施形態は、表面の汚れが少ない鉄基焼結体を製造することを一目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明の一実施形態は、以下の通りである。

[1] 鉄基粉末を含む原料粉末及びステアリン酸亜鉛を含む成形体を脱ろうすること、及び前記脱ろうした成形体を焼結することを含み、前記脱ろうは、窒素と、水蒸気とを含み、露点が0以上30以下である水蒸気含有窒素雰囲気を用意すること、前記水蒸気含有窒素雰囲気を100以上に加熱し脱ろう部に供給すること、及び前記脱ろう部で前記成形体を800以下で熱処理することを含む、鉄基焼結体の製造方法。

[2] 前記水蒸気含有窒素雰囲気を、水蒸気と窒素雰囲気とを混合して用意することを含み、前記窒素雰囲気は、窒素が95体積%以上である、[1]に記載の鉄基焼結体の製造方法。

[3] 前記脱ろう部の雰囲気は、水素が5体積%未満である、[1]又は[2]に記載の鉄基焼結体の製造方法。

[4] 前記脱ろう部は、前記水蒸気含有窒素雰囲気を250以上に加熱し脱ろうすることを含む、[1]から[3]のいずれかに記載の鉄基焼結体の製造方法。

【0009】

[5] 前記成形体の原料粉末は、0質量%超過20質量%以下のCuを含み、残部鉄及び不可避不純物からなる、[1]から[4]のいずれかに記載の鉄基焼結体の製造方法。

[6] 前記成形体の原料粉末は、Mn及びSが合計量で0.2質量%以下である、[1]から[5]のいずれかに記載の鉄基焼結体の製造方法。

[7] 前記成形体の原料粉末は、0質量%超過5質量%以下のCをさらに含む、[1]から[6]のいずれかに記載の鉄基焼結体の製造方法。

[8] 前記ステアリン酸亜鉛は、原料粉末100質量部に対して0.05～5質量部である、[1]から[7]のいずれかに記載の鉄基焼結体の製造方法。

[9] 前記脱ろうと前記焼結とを連続焼結炉で行う、[1]から[8]のいずれかに記載の鉄基焼結体の製造方法。

【発明の効果】

【0010】

一実施形態によれば、表面の汚れが少ない鉄基焼結体を製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図1】 図1は、実施例で用いたローラーハース炉の脱ろう炉の断面概略図である。

【図2】 図2は、実施例の焼結体の金属組織を走査型電子顕微鏡(SEM)によって観察した写真である。

【発明を実施するための形態】

【0012】

以下、本発明の一実施形態について説明するが、以下の例示によって本発明は限定されない。

【0013】

一実施形態による鉄基焼結体の製造方法は、鉄基粉末を含む原料粉末及びステアリン酸亜鉛を含む成形体を脱ろうすること、及び脱ろうした成形体を焼結することを含み、脱ろうは、窒素と、水蒸気とを含み、露点が0以上30以下である水蒸気含有窒素雰囲気

10

20

30

40

50

を用意すること、水蒸気含有窒素雰囲気を100以上に加熱し脱ろう部に供給すること、及び脱ろう部で成形体を800以下で熱処理することを含むことを特徴とする。

これによれば、表面汚れが少ない鉄基焼結体を製造することができる。さらに、一実施形態によれば、焼結体の強度をより高めることができる。

【0014】

一実施形態によれば、成形体を脱ろうする雰囲気のカス種類及び露点を特定することで、成形体に含まれるステアリン酸亜鉛の熱分解を促進し、得られる焼結体表面の汚れを低減することができる。焼結体表面に残る汚れは、主にステアリン酸亜鉛等の有機成分が焼結体表面に残ることで観察される。

また、一実施形態によれば、成形体を脱ろうする雰囲気のカス種類及び露点を特定することで、得られる焼結体において、ある程度の炭素成分が残るようにして、フェライト相の生成を抑制して、焼結体の強度をより高めることができる。

また、一実施形態によれば、成形体を脱ろうする雰囲気のカス種類及び露点を特定すればよいため、脱ろうの熱処理の熱源としてバーナー燃焼の他にも、より均一に炉内を加熱可能なラジアントチューブバーナ等の間接加熱方式を用いることができる。そのため、炉内の温度をより簡便に管理することが可能となる。

【0015】

一実施形態において、成形体は、鉄基粉末を含む原料粉末及びステアリン酸亜鉛を含むことができる。

鉄基粉末は、鉄粉末、鉄合金粉末、又はこれらの組み合わせであってよい。鉄基粉末には、不可避不純物が含まれてもよい。

【0016】

原料粉末において、全体組成は、鉄を主成分として含むことが好ましい。例えば、原料粉末全量に対し、鉄は、50質量%以上が好ましく、80質量%以上がより好ましく、90質量%以上がさらに好ましい。

【0017】

原料粉末において、全体組成は、Cuを含み、残部が鉄であってよい。この場合、Cuは、原料粉末全量に対し、0質量%超過20質量%以下で含むことが好ましい。

Cuは、Feに拡散して材料強度を高める作用を有する。

Cuは、焼結中に一部がFeの基地中に拡散し、一部はFeを溶かし混んで銅合金を形成する。よって、焼結合金を冷却すると、鉄基焼結体の基地に銅相又は銅合金相の形態で分散した組織状態になる。

また、Cuは、Cと併用した場合に、鉄基地の焼入れ性を改善して、パーライトを微細にして強度を高めたり、焼結の際に通常の冷却速度で強度の高いベイナイトやマルテンサイトを得ることを促進したりすることができる。

Cuは、必須元素ではないが、0.01%以上が好ましく、より好ましくは0.1%以上、さらに好ましくは1%以上である。Cuは、材料強度の低下を防止する観点から、20%以下が好ましく、15%以下がより好ましい。さらに、Cuは、10%以下が好ましく、5%以下がより好ましく、3%以下がさらに好ましい。これによって、軟質なCu相の発生を抑制して、材料強度の低下をより防止することができ、また、焼結の際にCu液相の発生を抑制して、製品全体の寸法精度をより高めることができる。

【0018】

原料粉末において、全体組成は、Cをさらに含んでもよい。この場合、Cは0質量%超過5質量%以下で含むことが好ましい。

Cは、その一部がFeに固溶して強度を向上させることができる。Cが過剰に配合されると、脆いセメンタイトがネットワーク状に析出する問題がある。このため、Cは0~5%が好ましく、0.1~3%がより好ましく、0.5~1%がさらに好ましい。また、Cの全量が基地中に固溶もしくは金属炭化物として析出していることが好ましい。この金属炭化物は、基地中に分散して含まれることが好ましい。

【0019】

10

20

30

40

50

さらに、原料粉末において、全体組成は、Cr、Mn、Mo、W、Ni、Co、V、及びNbからなる群から選択される少なくとも1種を含んでもよい。この場合、各元素は合計量として15質量%以下で含まれることが好ましく、10質量%以下がより好ましく、5質量%以下がさらに好ましい。

また、原料粉末において、全体組成は、Si、P、S、O、N等を、1種単独で、又は2種以上を組み合わせてさらに含んでもよい。

【0020】

Cuは、鉄合金粉末として、原料粉末に配合することができる。また、Cuは、原料粉末に銅粉末、銅合金粉末、又はこれらの組み合わせとして配合することができる。

Cu以外の他の金属は、原料粉末に配合される鉄合金粉末として、例えば、鉄と、Cr、Mn、Mo、W、Ni、Co、V、及びNbからなる群から選択される少なくとも1種との合金粉末として配合することができる。また、Cu以外の金属は、これらの金属単体の金属粉末として配合することができる。

10

【0021】

Cは、鉄粉末及び/又は鉄合金粉末に固溶した状態で、原料粉末に配合することができる。また、Cは、成形体の圧縮性を高めるために、黒鉛粉末として原料粉末に配合することができる。さらに、Cは、ステアリン酸亜鉛等の有機成分として原料粉末に配合することができる。ステアリン酸亜鉛等の有機成分は、脱ろう、焼結によって熱分解されるが、その一部のCが焼結体に残り、鉄基地に固溶すると考えられる。

【0022】

原料粉末は、不可避不純物を含み得る。原料粉末全量に対し、不可避不純物は、合計量として1質量%以下が好ましく、0.5質量%以下がより好ましく、0.1質量%以下がさらに好ましい。

20

なかでも、原料粉末において、原料としてMn及びSが添加されない場合に、Mn及びSの合計量は、原料粉末全量に対し、0.2質量%以下が好ましく、0.1質量%以下がより好ましい。

【0023】

原料粉末の平均粒子径は、特に限定されないが、成形性及び焼結性の観点から、20~200µmがより好ましい。

ここで、平均粒子径は、体積基準の平均粒子径であり、具体的には、レーザ回折法によって測定することができる。

30

【0024】

成形体にはステアリン酸亜鉛が含まれる。

成形体は、ステアリン酸亜鉛と原料粉末とを混合した混合粉末の状態で、成形型に充填されて成形されることが好ましい。

原料粉末にステアリン酸亜鉛が混合されることで、原料粉末の粒子間の摩擦を低減して、成形型への充填に際し、原料粉末に流動性を与えて、粒子の凝集を防止して、充填性を高めることができる。

また、原料粉末にステアリン酸亜鉛が混合されることで、成形型に充填した原料粉末の圧縮過程で原料粉末と成形型の壁との摩擦を低減し、成形型の摩耗を防止することができる。

40

また、原料粉末にステアリン酸亜鉛が混合されることで、原料粉末が成形型に充填されて圧縮される際に、圧力分布が均一になるため、より均一な密度分布で、強度に優れた成形体を得ることができる。

【0025】

ステアリン酸亜鉛は、原料粉末100質量部に対して、0.05~5質量部で配合されることが好ましく、0.1~2質量部がより好ましく、0.5~1質量部がさらに好ましい。

ステアリン酸亜鉛は、原料粉末100質量部に対して、0.05質量部以上が好ましく、0.1質量部以上がより好ましく、0.5質量部以上がさらに好ましい。これによって

50

、上記したように成形性をより高めることができる。

また、ステアリン酸亜鉛は、原料粉末 100 質量部に対して、5 質量部以下が好ましく、2 質量部以下がより好ましく、1 質量部以下がさらに好ましい。これによって、脱ろう、焼結による熱処理によって、ステアリン酸亜鉛が熱分解されて、焼結体に残る有機成分量を低減することができる。

【0026】

成形体には、その他の添加剤が含まれてもよい。その他の添加剤として、例えば、ステアリン酸亜鉛以外の潤滑剤として、アミド系潤滑剤等が挙げられる。

【0027】

成形体は、鉄基粉末を含む原料粉末と、ステアリン酸亜鉛とを混合し、混合粉末を成形して得ることができる。成形方法としては、乾式及び湿式のいずれであってもよいが、乾式が好ましい。乾式の成形方法としては、圧粉成形等の加圧成形を好ましく用いることができる。

10

【0028】

成形条件としては、成形体の組成、サイズ等に応じて適宜設定すればよく、例えば、成形圧力 300 ~ 1000 MPa であってよく、また、加圧の保持時間は 0.2 ~ 2 秒であってよい。

成形体の見掛け密度は、成形体の組成等に応じて適宜設定すればよく、例えば、1 ~ 8 g/m³ であってよく、5 ~ 7 g/m³ であってよい。

【0029】

次に、成形体を脱ろうする工程について説明する。

脱ろうは、以下の工程を含むことが好ましい。

(1) 窒素と、水蒸気とを含み、露点が 0 以上 30 以下である水蒸気含有窒素雰囲気を用意すること。

(2) 水蒸気含有窒素雰囲気を 100 以上に加熱し脱ろう部に供給すること。

(3) 脱ろう部で成形体を 800 以下で熱処理すること。

20

【0030】

脱ろうは、窒素と水蒸気とを含む水蒸気含有窒素雰囲気下で行うことが好ましい。

水蒸気含有窒素雰囲気の露点は、0 以上が好ましく、10 以上がより好ましく、12 以上がさらに好ましい。これによって、焼結体に残存するステアリン酸亜鉛由来の未分解物の量を低減し、未分解物に由来する焼結体表面の汚れを低減することができる。これは、脱ろうの雰囲気に、ある程度の水蒸気が含まれることで、成形体に含まれる有機成分の酸化が促進され、ステアリン酸亜鉛の熱分解が進行するからと考えられる。

30

脱ろうの雰囲気の露点は、30 以下が好ましく、20 以下がより好ましく、18 以下がさらに好ましく、16 以下が一層好ましい。これによって、焼結体から炭素成分が過剰に離脱することを防止し、焼結体に十分な量の炭素が残存するようにして、フェライト相の形成を抑制し、これによって高強度の焼結体を得ることができる。

脱ろうの雰囲気の露点は、炉内に供給される雰囲気の管理の観点から、15 ± 5 が好ましく、15 ± 3 がより好ましく、15 ± 2 がさらに好ましい。

【0031】

ここで、雰囲気の露点は、水蒸気を含む雰囲気を冷却するとき凝結が開始する温度であり、JIS Z 8806 : 2001 の湿度 - 測定方法にしたがって求めることができる。具体的には、雰囲気の露点は露点計を用いて測定することができる。焼結炉の雰囲気の供給部に露点計を設置することで、焼結炉へ供給される雰囲気の露点を管理することができる。

40

【0032】

水蒸気含有雰囲気は、水蒸気と窒素雰囲気とを混合して用意されることが好ましい。この場合に、窒素雰囲気は、窒素が 95 体積% 以上が好ましく、98 体積% 以上がより好ましい。

【0033】

50

脱ろうの雰囲気は、水蒸気及び窒素とともに、不活性ガスをさらに含んでもよい。不活性ガスは、例えば、Arガス、Heガス等が挙げられる。

脱ろうの雰囲気は、有機成分の酸化を促進するために、還元性ガスの使用量を制限することが好ましい。還元性ガスとしては、H₂ガス、COガス等が挙げられる。なかでも、脱ろうの雰囲気は、H₂ガスが5体積%未満が好ましく、3体積%以下がより好ましく、1体積%以下がさらに好ましい。

脱ろうと焼結とを連続焼結炉を通して行う場合は、焼結工程で用いられる雰囲気が脱ろう工程に逆流して混入することがある。例えば、焼結工程において還元性のH₂ガスを用いる場合は、脱ろう工程においてH₂ガスが混入することがある。この場合においても、脱ろうの雰囲気は、H₂ガスが5体積%未満が好ましく、3体積%以下がより好ましく、1体積%以下がさらに好ましい。

10

【0034】

脱ろう部へ供給する水蒸気含有窒素雰囲気は、脱ろう部に供給する前に加熱されていることが好ましい。例えば、脱ろう部に供給される水蒸気含有窒素雰囲気は、100 以上に加熱された状態で、脱ろう部に供給されることが好ましい。この温度は、100～500 が好ましく、300～500 がより好ましい。

【0035】

脱ろうにおいて、焼結炉に供給する雰囲気の流量は、例えば、0.5 m³/h以上が好ましく、1 m³/h以上がより好ましく、2 m³/h以上がさらに好ましい。

脱ろうにおいて、焼結炉に供給する雰囲気の流量は、例えば、60 m³/h以下が好ましく、50 m³/h以下がより好ましく、45 m³/h以下がさらに好ましい。

20

ここで、焼結炉に供給する雰囲気の流量は、焼結炉に供給するガス管の配管を通過するガスの流量である。

【0036】

脱ろうにおいて、脱ろう温度は、100 以上が好ましく、250 以上が好ましく、350 以上がより好ましく、550 以上がさらに好ましい。これによって、成形体に含まれる、ステアリン酸亜鉛等の有機成分の熱分解をより促進することができる。

脱ろうにおいて、脱ろう温度は、800 以下が好ましく、600 以下がより好ましく、580 以下がさらに好ましい。これによって、過剰なエネルギーを消費することなく、ステアリン酸亜鉛を十分に熱分解することができる。また、引き続き焼結工程において、焼結が進行するため、脱ろう温度は800 以下であってよい。

30

脱ろう温度は、焼結炉内の温度を熱電対で測定して求めることができる。熱電対の設置箇所は、成形体の載置位置に近いところが好ましい。連続焼結炉において、脱ろう温度に勾配をつけて脱ろうする場合は、連続焼結炉の脱ろう部において最高温度になる箇所の脱ろう温度が上記した範囲となることが好ましい。

【0037】

脱ろうの時間は、成形体の組成、サイズ等に応じて適宜設定可能であり、例えば、10～60分間であってよく、20～40分間であってよい。少なくとも脱ろう温度が100 以上になる時間が、この範囲となることが好ましい。

脱ろうの圧力は、成形体の組成、サイズ等に応じて適宜設定可能であり、例えば、1～500 Paであってよく、5～100 Paであってよい。

40

【0038】

脱ろう後は、連続焼結炉を用いて、冷却せずに焼結工程を行ってもよい。また、バッチ式の焼結炉を用いる場合は、脱ろう後に、冷却してから焼結工程を行ってもよい。

脱ろうの際に焼結炉から排出される排ガスは、環境面を考慮して、燃焼処理をして有機成分をさらに熱分解してから排気することができる。

【0039】

次に、脱ろうした成形体を焼結する工程について説明する。

焼結において、焼結温度は、1000 以上が好ましく、1100 以上がより好ましく、1130 以上がさらに好ましい。これによって、焼結体において、鉄基粉末の粒子

50

間の焼結を促進して、焼結性をより高めることができる。

焼結において、焼結温度は、1400 以下が好ましく、1300 以下がより好ましく、1200 以下がさらに好ましい。これによって、過剰なエネルギーを消費することなく、焼結性が良好な焼結体を得ることができる。また、過剰な加熱が防止されるため、焼結体から炭素成分が過剰に離脱することを防止し、フェライト相の形成を抑制し、より高強度の焼結体を得ることができる。

焼結温度は、焼結炉内の温度を熱電対で測定して求めることができる。熱電対の設置箇所は、成形体の載置位置に近いところが好ましい。連続焼結炉において、焼結温度に勾配をつけて焼結する場合は、連続焼結炉の焼結部において最高温度になる箇所の焼結温度が上記した範囲となるのが好ましい。

10

【0040】

焼結の雰囲気は、酸化性ガス、還元性ガス、不活性ガス、又はこれらの混合ガスであってよい。なかでも、焼結を促進するために還元性ガスを好ましく用いることができる。

焼結の雰囲気は、例えば、ブタン変成ガス、アンモニア分解ガス、 H_2 ガス等が挙げられる。なかでも、 H_2 ガス、又は H_2 ガスと不活性ガスとの混合ガスが好ましい。不活性ガスとしては、 N_2 ガス、Arガス等が挙げられる。

例えば、焼結の雰囲気として、 H_2 ガスと不活性ガスとの混合ガスを用いる場合は、 H_2 ガスは2～75体積%が好ましく、4～50体積%がより好ましい。

【0041】

焼結の雰囲気の露点は、水蒸気混入による焼結体の酸化を防止するために、10 未満が好ましく、0 以下がより好ましく、-10 以下がさらに好ましい。

20

焼結の雰囲気の露点の下限值は、特に制限されないが、低いほどガスの露点管理が難しく管理費が高額となる観点から、-80 以上が好ましく、-60 以上がより好ましい。

【0042】

焼結において、焼結炉に供給する雰囲気の流れは、例えば、 $0.5 m^3/h$ 以上が好ましく、 $1 m^3/h$ 以上がより好ましく、 $2 m^3/h$ 以上がさらに好ましい。

焼結において、焼結炉に供給する雰囲気の流れは、例えば、 $80 m^3/h$ 以下が好ましく、 $75 m^3/h$ 以下がより好ましく、 $70 m^3/h$ 以下がさらに好ましい。

ここで、焼結炉に供給する雰囲気の流れは、焼結炉に供給するガス管の配管を通過するガスの流量である。

30

【0043】

焼結の時間は、成形体の組成、サイズ等に応じて適宜設定可能であり、例えば、15分～120分間であってよく、30分～60分間であってよい。少なくとも焼結温度が1000 以上になる時間が、この範囲となるのが好ましい。

焼結の圧力は、成形体の組成、サイズ等に応じて適宜設定可能であり、例えば、1～500 Paであってよく、5～100 Paであってよい。

【0044】

焼結後は、空冷してもよいし、冷却速度を制御してもよい。例えば、焼結後の冷却速度は、1～100 /分であってよく、5～50 /分であってよい。

焼結の際に焼結炉から排出される排ガスは、環境面を考慮して、燃焼処理をして有機成分をさらに熱分解してから排気することができる。

40

【0045】

以下、焼結炉の一例について説明する。

一実施形態において、脱ろう及び焼結は、連続焼結炉で行ってもよいし、バッチ式の焼結炉で行ってもよい。

連続焼結炉としては、例えば、メッシュベルト炉、ローラーハース炉、トレイブッシャ炉、ウォーキングビーム炉等を用いることができる。

連続焼結炉としては、脱ろう部と、焼結部と、冷却部とが連続してトンネル状の炉内に配置され、搬送手段によって成形体が脱ろう部から冷却部へと搬送される焼結炉を用いることができる。成形体は、トレイに載置されて搬送されてもよい。

50

脱ろう部と焼結部との間は、搬送手段と成形体とが通過可能な程度に、仕切りを設けて置き、脱ろう部と焼結部とを区切って温度調節が可能なようにし、また、炉内雰囲気相互に混入しないようにするとよい。焼結部と冷却部との間も同様である。

【 0 0 4 6 】

脱ろう部は、搬送手段、加熱部、雰囲気供給部、排気部、熱電対を備える。

脱ろう部の加熱部は、炉内を均一に加熱するために複数個配置されてもよい。加熱部としては、ラジアントチューブバーナ、金属ヒーター、SiC等のセラミックヒーター、ブタンガス等を用いるカップバーナー等が挙げられる。なかでも、排ガスによる劣化が少なく、炉内雰囲気に影響を受けにくい間接加熱であり、保守管理が簡便であることから、ラジアントチューブバーナを好ましく用いることができる。

10

脱ろう部の雰囲気供給部は、水蒸気を含ませた窒素雰囲気を所定温度で炉内に供給するものであって、炉内に均一に雰囲気を供給するために複数個配置されてもよい。

脱ろう部の雰囲気供給部に流量計を設けて、炉内に供給される雰囲気の流れを調節するとよい。

【 0 0 4 7 】

脱ろう部は、温度及び雰囲気が均一な1つの空間において成形体を加熱するものであってもよいし、温度及び雰囲気が異なる区切られた複数の空間に成形体を通過させることで加熱するものであってもよい。

脱ろう部の一例としては、成形体の搬送方向に沿って、搬送方向上流側から、第1脱ろう部、第2脱ろう部、及び第3脱ろう部が配置される。各脱ろう部は、搬送手段及び成形体が通過可能な程度に仕切りによって区切られ、各脱ろう部において、温度及び雰囲気の調節が可能になっている。なお、脱ろう部が区切られる空間はこの個数に限定されない。

20

そして、搬送方向上流側の脱ろう部の温度を低くし、搬送方向下流側の脱ろう部の温度を高くして、温度に傾斜を設けることで、成形体を徐々に加熱し、ステアリン酸亜鉛等の有機成分の除去を緩やかに進行させて、成形体のひび割れ等の形状不良を防止することができる。

また、搬送方向上流側の脱ろう部の雰囲気の流れを少なくし、搬送方向下流側の脱ろう部の雰囲気の流れを多くし、流量に傾斜を設けることで、成形体を徐々に酸化し、ステアリン酸亜鉛等の有機成分に由来する炭素の除去量を調節し、ある程度の炭素が焼結体に残るようにして、焼結体の強度向上に寄与させることができる。

30

【 0 0 4 8 】

また、搬送方向に複数の脱ろう部が配置される場合は、焼結炉に隣接する脱ろう部には、水蒸気含有窒素雰囲気の流れを少なくするか、水蒸気含有窒素雰囲気を供給しなくてもよい。これによって、露点の高い雰囲気が焼結部に混入することを防止して、より高温で処理される焼結部において、焼結体の酸化が過剰に進行することを抑制することができる。

複数の脱ろう部において、水蒸気含有窒素雰囲気は、設備の簡略化のため同じ供給源から供給されることが好ましく、露点及びガス種類は同じであってよい。

【 0 0 4 9 】

脱ろう部の雰囲気供給部において、水蒸気生成方法としては、定量供給ポンプと電気ヒーター加熱による方法、ボイラ加熱、超音波振動等を用いることができる。なかでも、水蒸気生成量を調節しやすく、保守管理が簡便であることから、定量供給ポンプと電気ヒーター加熱による方法を好ましく用いることができる。

40

【 0 0 5 0 】

水蒸気生成装置の他の例としては、水タンク部、水定量供給ポンプ部、気化器、気化器に窒素ガスを供給する窒素ガス供給部、水蒸気雰囲気排出部を備える。

この例では、まず、水タンクから水定量供給ポンプ部によって水を気化器に供給する。水は、純水等のイオン性の不純物が除去された水を用いることが好ましい。気化器を100以上、好ましくは200以上、より好ましくは250以上とすることで水蒸気を生成することができる。窒素ガス供給部から気化器に窒素ガスを供給し水蒸気を含む窒素雰囲気を生成することができる。この水蒸気を含む窒素雰囲気を水蒸気雰囲気排出部から

50

排出して、脱ろう部に供給することができる。

水蒸気雰囲気排出部から脱ろう部への配管は、60～100 に保温しておくことが好ましい。

【0051】

焼結部は、搬送手段、加熱部、雰囲気供給部、排気部、熱電対を備える。

焼結部の加熱部は、特に限定されず、上記した脱ろう部で説明したもののの中から適宜選択して用いることができる。

焼結部の雰囲気供給部は、雰囲気を所定温度で炉内に供給するものであって、炉内に均一に雰囲気を供給するために複数個配置されてもよい。

焼結部の雰囲気供給部に流量計を設けて、炉内に供給される雰囲気の流れを調節するとよい。

10

【0052】

冷却部は、特に限定されずに、通常の焼結炉に適用可能なものを用いればよい。

連続焼結炉において、搬送手段は駆動モータによって駆動させることができる。また、連続焼結炉において、脱ろう部及び焼結部には1個又は複数個の排気部を設けることができ、成形体から熱分解された有機成分を含む排ガスを排気することができる。また、連続焼結炉において、脱ろう部及び焼結部には1個又は複数個の熱電対を設けることができ、各区画において、炉内温度の管理をすることができる。

【0053】

一実施形態によって製造される焼結体は、この限りでないが、以下の物性を備えることが好ましい。

20

【0054】

焼結体は、ロックウェル硬さが20～70HRBが好ましい。

焼結体のロックウェル硬さは、20HRB以上が好ましく、30HRB以上がより好ましく、40HRB以上がさらに好ましい。これによって、より高強度の焼結体を提供することができる。

焼結体のロックウェル硬さは、特に限定されないが、例えば、100HRB以下であってよい。

【0055】

ここで、焼結体のロックウェル硬さは、JIS Z 2245に規定されている方法にしたがって測定することができる。

30

【0056】

焼結体は、引張強さが220～590MPaが好ましい。

焼結体の引張強さは、220MPa以上が好ましく、250MPa以上がより好ましく、300MPa以上がさらに好ましい。これによって、より高強度の焼結体を提供することができる。

焼結体の引張強さは、特に限定されないが、例えば、600MPa以下であってよい。

【0057】

ここで、焼結体の引張強さは、試験片としてASTM：E8-69を作製して、試験方法はJIS Z 2241に規定されている方法に従って測定することができる。

40

【0058】

焼結体は、金属組織において、フェライト相の面積比が50面積%以下が好ましく、40面積%以下がより好ましく、30面積%以下がさらに好ましく、20面積%以下が一層好ましい。フェライト相をより低減することで、より高強度の焼結体を得ることができる。焼結体は、金属組織において、パーライト相が形成されることが好ましく、パーライト相が60～90面積%がより好ましい。

焼結体の金属組織は、走査型電子顕微鏡によって観察することができる。

【実施例】

【0059】

以下、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定され

50

るものではない。

【 0 0 6 0 】

脱ろう、焼結後の試験片の微細組織、強度、外観について評価した。

「成形」

原料粉末として、C : 0 . 8 質量%、Cu : 2 . 0 質量%、残部鉄からなる組成の鉄基粉末を用意した。鉄基粉末 1 0 0 質量部に 0 . 8 質量部のステアリン酸亜鉛（株式会社 A D E K A 製「Z N S - 7 3 0」）を添加し、V型ミキサーで 3 0 分間混合した。この混合粉末を外径 9 0 m m、内径 1 5 m m、高さ 1 5 m m の円環状に圧粉して成形体を得た。成形体の質量は、5 9 0 g であり、密度は 6 . 9 g / c m ³ であった。

【 0 0 6 1 】

「脱ろう」

脱ろう及び焼結は、ローラーハース炉（NR - 1 号炉）に成形体を通すことで行った。

ローラーハース炉の脱ろう炉の断面概略図を図 1 に示す。

この図において、脱ろう炉 1 0 は、搬送ローラ 1 を備え、搬送ローラ 1 上に試験片を載置して試験片を搬送するカーボントレイ T と、搬送方向の上流側から脱ろう部 2 a、脱ろう部 2 b、及び脱ろう部 2 c とを備える。それぞれの脱ろう部 2 a、2 b、2 c が仕切り板によって分けられ、それぞれの脱ろう部 2 a、2 b、2 c に配置されたラジアントチューブバーナ 3 a、3 b、3 c、それぞれの脱ろう部 2 a、2 b、2 c に水蒸気含有窒素雰囲気を提供するためのガス導入口部 4 a、4 b、4 c、脱ろう部 2 b、2 c からの排気を排出する排気口部 5 を備える。

脱ろう炉内はラジアントチューブバーナで温度が制御され、搬送方向 X に、搬送ローラでカーボントレイ上の成形体が搬送される。水蒸気含有窒素雰囲気は炉内床面の導入口部から供給され、成形体を脱ろうする。脱ろう部から排出される排気は、排気口部に設けられた排ガス燃焼装置で燃焼処理し、排気フード・ダクト 6 から排出される。

熱源のラジアントチューブバーナは間接加熱方式で炉内と隔離しており、炉内雰囲気を一定に保つことができる。

【 0 0 6 2 】

ローラーハース炉の脱ろう炉の条件は、以下の通りとした。

不図示の気化器によって水蒸気を発生させ、発生させた水蒸気と、窒素 1 0 0 体積%の窒素雰囲気とを混合して、表 1 に示す露点の水蒸気含有雰囲気を用意した。

気化器温度を 3 0 0 、脱ろう部 2 a、2 b、2 c の温度をそれぞれ 2 5 0 、3 5 0 、5 5 0 で一定とした。また、気化器から脱ろう部 2 a、2 b、2 c への水蒸気含有窒素雰囲気の流量をそれぞれ 2 m ³ / h、4 m ³ / h、0 m ³ / h で一定とした。成形体の投入数は 1 トレイに 9 個で一定とした。

その他の脱ろう条件は、以下の通りとした。

脱ろう圧力：5 P a。

脱ろう時間：3 0 分。

【 0 0 6 3 】

「焼結」

次いで、ローラーハース炉の焼結炉に成形体を通した。焼結条件は、以下の通りとした。

焼結温度：1 1 3 0 。

焼結圧力：1 0 P a。

焼結雰囲気：4 体積% H ₂ + 9 6 体積% N ₂。

焼結雰囲気の露点：- 6 0 。

ガス流量：N ₂ ガス 3 4 m ³ / h。A X ガス 2 m ³ / h。

焼結時間：4 0 分。

冷却速度：室温まで 4 0 / 分。

【 0 0 6 4 】

脱ろう部 2 a、2 b、2 c の水素濃度は、焼結炉から流入する雰囲気に含まれる H ₂ ガスを含む数値である。脱ろう部の N ₂ ガス流量と、焼結炉の N ₂ ガス流量及び A X ガス流

10

20

30

40

50

量との合計ガス流量に対して、A X ガス流量の H₂ 割合が、5 体積% 未満となるように制御した。これによって、焼結炉から脱ろう炉へ流入する H₂ ガスを考慮しても、脱ろう炉の水素濃度を 5 体積% 未満とすることができた。A X ガスは、75 体積% H₂ と 25% N₂ を含むアンモニア分解ガスである。

【0065】

「評価」

得られた焼結体について、以下の評価を行った。結果を表 1 に示す。

(焼結体の汚れ)

焼結体の表面を目視で観察し、以下の基準で焼結体の汚れを評価した。

A : 汚れが観察されなかった。

B : 汚れが少し観察された。

【0066】

(焼結体の強度)

焼結体の引張強さを以下の条件で測定した。

焼結体の引張強さは、試験片として ASTM : E 8 - 69 を作製し、試験方法は J I S Z 2241 に規定されている方法に従って測定した。

【0067】

(焼結体の微細構造)

焼結体の金属組織を走査型電子顕微鏡 (SEM) によって観察した。SEM 写真を図 2 に示す。また、SEM 写真から、脱炭の指標となるフェライト相の面積比を算出した。

【0068】

【表 1】

No.	水蒸気含有 窒素雰囲気 露点 (°C)	脱ろう部の 水素濃度 (体積%)	焼結体の評価		
			フェライト 面積比	引張強さ (MPa)	汚れ
例 1	10	5%未満	10	500	B
例 2	15	5%未満	15	500	A
例 3	18	5%未満	10	490	A
例 4	20	5%未満	10	490	A
例 5	30	5%未満	10	470	A

【0069】

表 1 に示す通り、各実施例の焼結体は、表面汚れが少なく、高強度であった。例 1 では、脱ろうの雰囲気露点が 10 と低く、焼結体の表面汚れが若干発生した。例 4 及び 5 では、脱ろうの雰囲気露点が 20、30 と高く、焼結体の強度が若干低下した。

10

20

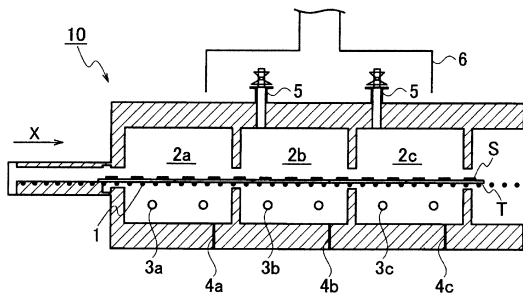
30

40

50

【図面】

【図 1】



【図 2】

水蒸気含有雰囲気 の露点(°C)	
10	
15	
18	
20	
30	

10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類

F I

B 2 2 F 3/10 K
C 2 2 C 33/02 A

東京都千代田区丸の内一丁目9番2号 昭和電工マテリアルズ株式会社内

(72)発明者 岩崎 和夫

東京都千代田区丸の内一丁目9番2号 昭和電工マテリアルズ株式会社内

審査官 池田 安希子

(56)参考文献 特開平10-121108(JP,A)

特開昭62-109902(JP,A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

B 2 2 F 1/00 - 8/00

B 2 2 F 10/00 - 12/90

C 2 2 C 1/04 - 1/059

C 2 2 C 38/00

C 2 2 C 37/00

C 2 2 C 33/02