

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2016年7月21日(21.07.2016)



(10) 国際公開番号
WO 2016/114142 A1

- (51) 国際特許分類:
B22F 1/00 (2006.01) *B22F 9/22* (2006.01)
B22F 5/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2016/000170
- (22) 国際出願日: 2016年1月14日(14.01.2016)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2015-005264 2015年1月14日(14.01.2015) JP
- (71) 出願人: J F E スチール株式会社(JFE STEEL CORPORATION) [JP/JP]; 〒1000011 東京都千代田区幸町二丁目2番3号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 町田 智(MACHIDA, Satoshi); 〒1000011 東京都千代田区幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 中村 尚道(NAKAMURA, Naomichi); 〒1000011 東京都千代田区幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 杉村 憲司(SUGIMURA, Kenji); 〒1000013 東京都千代田区霞が関三丁目2番1号 霞が関コモンゲート西館36階 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

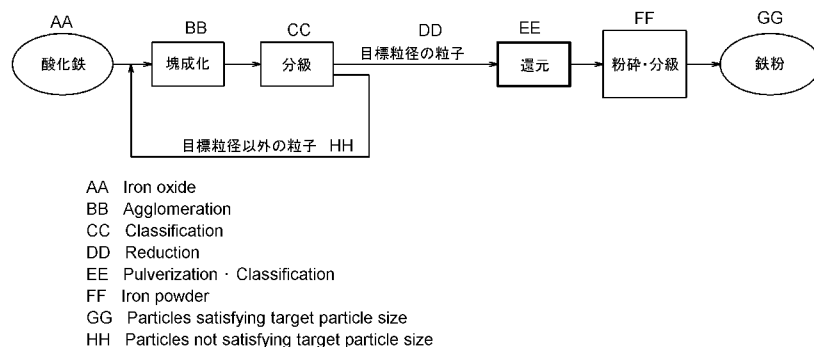
添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: REDUCED IRON POWDER AND METHOD FOR PREPARING SAME AND BEARING

(54) 発明の名称: 還元鉄粉およびその製造方法並びに軸受

FIG. 1



(57) Abstract: Provided is reduced iron powder which reduces coarse inclusions, has excellent moldability, high porosity after sintering, and excellent reactivity per unit mass, and which can be effectively used as a reaction material even into the particles. The apparent density of the reduced iron powder is within the range of 1.00-1.40 Mg/m³.

(57) 要約: 粗大な介在物を低減し、成形性に優れ、焼結後の気孔率が高く、単位質量当りの反応性に優れ、さらに粒子内部まで有効に反応材として利用できる還元鉄粉を提供する。見掛け密度を 1.00～1.40Mg/m³の範囲とする。

WO 2016/114142 A1

明 細 書

発明の名称：還元鉄粉およびその製造方法並びに軸受

技術分野

[0001] 本発明は、還元鉄粉およびその製造方法並びにその還元鉄粉を用いた軸受に関するものである。

背景技術

[0002] 鉄粉の代表的なものとしては、製造方法から、還元鉄粉とアトマイズ鉄粉の2つが主に知られている。ここで、現在知られている鉄粉の見掛密度は、還元鉄粉で $2.3\text{Mg}/\text{m}^3$ 以上、アトマイズ鉄粉で $2.5\text{Mg}/\text{m}^3$ 以上である。また、比表面積は、還元鉄粉で $0.10\text{m}^2/\text{g}$ 以下、アトマイズ鉄粉で $0.07\text{m}^2/\text{g}$ 以下である。

[0003] このような性状を持つ鉄粉の用途は広く、その中でも化学反応材や焼結機械部品といった用途が大きな割合を占めている。そして、化学反応材では反応の効率化のため高い比表面積が求められ、焼結機械部品では、含油軸受けとして高い気孔率が求められる。

[0004] ここで、比表面積は見掛密度が低いほど大きい。また、気孔率の高い焼結機械部品を製造するには、見掛密度の低い鉄粉が求められる。

[0005] 次に、焼結機械部品として焼結含油軸受を例に述べる。焼結含油軸受は、適当な含油率を保持することが重要であって、含油率が低いと、適切な潤滑性、耐用性を得ることができない。そこで、この適当な含油率を保持するために、焼結体における気孔率を高める必要がある。なお、先行技術文献としては特許文献1がある。

[0006] 近年では、機械部品の小型化に伴い、外径：2mm、内径：0.6mm程度の含油軸受が製造されている。しかしながら、さらに小型化を進める上で、従来の還元鉄粉を用いると、従来の還元鉄粉の気孔と鉄部分が粗大であることから、成形性や歩留が悪く、製造が困難になる。そこで、従来よりも組織が微細で多孔質かつ、介在物の少ない鉄粉が要望されてきている。

[0007] さらに、軸受のように他の部材との摺り合せがある部材では、該部材に介

在物があることで他の部材を傷つけ、製品の寿命を縮めることも発生する。また、介在物が周囲の鉄粉と焼結しない場合は、構造欠陥の要因となって、特に微小な機械部品を製造する際には、歩留や強度の低下に与える影響が極めて大きい。

[0008] なお、介在物の説明は以下のとおりである。還元鉄粉は、鉄鉱石又はミルスケールから製造される。その生成物である還元鉄粉の純度は、原料である酸化鉄の純度によって決定される。最も一般的な不純物は、酸素であり、大抵の酸素は、表面酸化物の薄膜として生じる。基本的な不純物には、炭素、マグネシウム、アルミニウム、ケイ素、リン、イオウ、クロム、マンガン、ニッケルおよび銅があり、それらの多くは酸化物として存在し、介在物と称される。

[0009] また、化学反応材への適用を考えると、粉末の比表面積を大きくすることで反応の効率化が図れることから、特許文献2および3に述べられているように比表面積の大きい、すなわち、見掛密度の低い鉄粉が有用であることが知られている。

先行技術文献

特許文献

[0010] 特許文献1：特開2001-132755号公報

特許文献2：特許第4667835号公報

特許文献3：特許第4667937号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0011] しかしながら、従来の還元鉄粉を用いて軸受とした場合、還元鉄粉には、 $200\mu\text{m}$ を超える介在物が含まれているため、軸を傷つけたり、自身の構造欠陥が生じたりする問題があった。

[0012] また、軸受製造の際には、上述のとおり、軸受の小型化に伴って、気孔や鉄組織が軸受に対して相対的に大きくなるため、潤滑油の循環性能が得られ

なくなるおそれがあった。すなわち、従来の還元鉄粉では、微細な気孔があるものの、介在物が多いために不合格になる、といった問題があった。また、内径：0.6mmφ、外径：2.0mmφの軸受は、従来の還元鉄粉を用いた場合であっても、比較的高歩留で製造できるが、例えば内径：0.4mmφ、外径：1.4mmφの微小な軸受になると、従来の還元鉄粉では成形性が不十分で歩留が大幅に低下し、量産が困難となる。

[0013] なお、アトマイズ鉄粉についていえば、表面が平滑のため、成型した際に鉄粉粒子同士の結合力が不足して、ラトラ値が著しく低下するため、上述の小さい軸受の用途には適さない。さらに、含油軸受を製造した際には気孔が少なく、油の循環が十分に得られないことも大きな欠点である。また、アトマイズ鉄粉では、介在物が少ないが、微細な気孔が少ない、といった問題がある。

[0014] 他方、化学反応材としての還元鉄粉の利用の観点から考えると、粉末の比表面積が大きいことで単位質量当りの反応性に優れ、さらに粒子内部まで有効に反応材として利用できる粉末であることが求められる。

[0015] 以上説明したように、内径：0.6mmφ、外径：2.0mmφより小さい軸受を高い歩留まりで製造するためには、見掛密度が2.0Mg/m³を大幅に下回り、比表面積が0.1m³/gを大幅に上回る0.2 m³/g以上の還元鉄粉が要望されていた。しかしながら、従来の製造方法ではこのような還元鉄粉は製造できなかった。

[0016] 本発明は、上記した問題を有利に解決するもので、粗大な介在物を低減し、成形性に優れ、焼結後の気孔率が高く、単位質量当りの反応性に優れ、さらに粒子内部まで有効に反応材として利用できる還元鉄粉およびその製造方法、並びにその還元鉄粉を用いた軸受を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0017] 本発明の要旨構成は次のとおりである。

1. 見掛密度が1.00～1.40Mg/m³であることを特徴とする還元鉄粉。

[0018] 2. 前記還元鉄粉中の酸素量が0.38mass%以下であることを特徴とする前記1に記載の還元鉄粉。

[0019] 3. 前記還元鉄粉の比表面積が $0.20\text{m}^2/\text{g}$ 以上であることを特徴とする前記 1 または 2 に記載の還元鉄粉。

[0020] 4. 前記 1 ～ 3 のいずれか 1 項に記載の還元鉄粉を製造する方法であって、
レーザー回折法による測定による平均粒子径が $3.0\mu\text{m}$ 以下である原料酸化鉄粉を塊成化して酸化鉄粉とする工程と、

その後、前記酸化鉄粉を $800\sim 1000^\circ\text{C}$ で水素を用いて還元して還元鉄粉とする工程と、

を有することを特徴とする還元鉄粉の製造方法。

[0021] 5. 前記酸化鉄粉の還元前に、前記酸化鉄粉を分級して、前記酸化鉄粉のレーザー回折法による測定による平均粒子径を $50\sim 200\mu\text{m}$ とすることを特徴とする前記 4 に記載の還元鉄粉の製造方法。

[0022] 6. 前記酸化鉄粉中の鉄分を $68.8\text{mass}\%$ 以上とすることを特徴とする前記 4 または 5 に記載の還元鉄粉の製造方法。

[0023] 7. 前記 1 ～ 3 のいずれか 1 項に記載の還元鉄粉を原料とする軸受。

発明の効果

[0024] 本発明によれば、粗大な介在物を低減し、成形性に優れ、焼結後の気孔率が高く、単位質量当りの反応性に優れ、さらに粒子内部まで有効に反応材として利用できる還元鉄粉が得られる。

図面の簡単な説明

[0025] [図1]本発明の還元鉄粉の製造工程を示すフロー図である。

[図2]従来例及び本発明例 1, 2 の還元鉄粉の外観像と断面像を示す図である。

発明を実施するための形態

[0026] 発明者らは、新規な製造方法によって、見掛密度が $1.00\sim 1.40\text{Mg}/\text{m}^3$ であり、比表面積が $0.20\text{m}^2/\text{g}$ 以上である新規な還元鉄粉を製造することに成功した。本発明の還元鉄粉は、見掛密度が十分に低いため、成形性に優れ、単位質量当りの反応性に優れ、さらに粒子内部まで有効に反応材として利用できる。また、本発明の還元鉄粉は、鉄組織が微細となっており（図 2 の断面像の

白い部分を参照)、その結果、介在物も微細分散している。そのため、当該還元鉄粉を原料として、強度の高い軸受を高い歩留まりで製造することができ、例えば内径：0.4mmφ、外径：1.4mmφの軸受を高い歩留まりで量産できる。

[0027] 図1を参照して、本発明の還元鉄粉の製造方法の実施形態について説明する。まず、所定の平均粒子径の酸化鉄粉（原料酸化鉄粉）を塊成化して、酸化鉄粉とする。その後、得られた酸化鉄粉を分級して、酸化鉄粉の平均粒子径を所定のものとする。その後、酸化鉄粉を水素ガスで還元（ $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 3\text{H}_2 = 2\text{Fe} + 3\text{H}_2\text{O}$ ）し、これを適宜破碎することで、本発明の還元鉄粉（多孔質鉄粉）とする。

[0028] ここで、本発明において、還元鉄粉の見掛け密度を $1.40\text{Mg}/\text{m}^3$ 以下として、還元鉄粉中の介在物を微細にするためには、出発原料である原料酸化鉄粉を微細化し、レーザー回折法による測定による平均粒子径（D50）を $3.0\mu\text{m}$ 以下とすることが肝要である。というのは、微粒化に伴い、気孔が小さくなり、介在物が微細化するからである。原料酸化鉄粉の平均粒子径は、好ましくは $2.0\mu\text{m}$ 以下であり、下限に特に定めはないが、工業的に $0.5\mu\text{m}$ 程度である。

[0029] 上記原料酸化鉄粉の製造方法の一例としては、製鉄所で鋼板を酸洗した後の廃酸を中和して取り出す方法がある。例えば、プロセスとして、ルスナー法による噴霧ばい焼炉を用いる方法とルルギ法による流動ばい焼法が挙げられる。

[0030] また、本発明では、原料酸化鉄粉を塊成化して、原料酸化鉄粉が凝集してなる酸化鉄粉を得ることが必須である。原料酸化鉄粉の塊成化の方法としては、ヘンシェル型ミキサーを使用して原料酸化鉄粉にバインダーと水を混合し、これを乾燥させる方法や、原料酸化鉄粉をバインダーと共に水に溶いてスラリー状にした後、この液滴に熱風を当てて乾燥させる方法（スプレードライヤー）が有効である。いずれの方法にもバインダーとしては、PVAやデンプン等が利用できる。

[0031] 酸化鉄粉を容器に充填、あるいは還元炉に装入して還元する際には、凝集

した粒子間に空隙ができ、適度な通気性を確保することで、還元が進み易くなる。このため、塊成化後の酸化鉄粉の平均粒子径は重要である。また、還元に供する酸化鉄粉の粒子径は、これを還元した後の還元鉄粉の粒子径と相関がある。そこで、塊成化後の酸化鉄粉を分級して、その平均粒子径を制御してから、還元に供することが好ましい。

[0032] 塊成化後の酸化鉄粉の平均粒子径は、上記のとおり重要である。ただし、全ての粒子が形状を保っているわけではなく、複数の粒子が結合したものや、1個の粒子が割れているものなどもある。そこで、発明者らの種々の検討の結果、実用上有効な還元鉄粉の平均粒子径は、 $50\sim 100\mu\text{m}$ であり、そのためには、酸化鉄粉の平均粒子径を $50\sim 200\mu\text{m}$ とすることが好ましいことを見出した。したがって、本発明では、塊成化後の酸化鉄粉を適宜分級し、その平均粒子径を $50\sim 200\mu\text{m}$ とすることが好ましい。

[0033] また、酸化鉄粉中の鉄分を68.8mass%以上とすることが好ましい。これにより、還元鉄粉中の酸素量を十分に抑制することができ、化学反応性の向上という効果、および、強度の高い軸受の高い歩留まりでの製造という効果をより十分に得ることができる。酸化鉄粉中の鉄分の上限については、特に制限はないが77mass%程度である。

[0034] さらに、本発明では、上記塊成化後の酸化鉄粉を還元して還元鉄粉（または単に鉄粉という）とする。発明者らは、この還元工程である酸化鉄の水素還元において、還元温度を適正に管理することにより、見掛密度が、従来の還元鉄粉やアトマイズ鉄粉の半分程度と低く、介在物が微細分散した鉄粉を製造する条件を見出した。還元中の還元温度は 800°C 以上 1000°C 以下とすることが肝要である。還元温度が 800°C 未満では、還元鉄粉中の酸素を還元反応により除去するのが困難となる。その結果、鉄粉中に酸素が多く残留するため、化学反応性が不十分となり、成形性も低下して軸受製造時の歩留まりも悪化する。一方、 1000°C 超では、鉄粉同士の焼結が進行して、見掛密度が $1.40\text{Mg}/\text{m}^3$ を超えとなり、やはり、化学反応性が不十分となり、軸受製造時の歩留まりも悪化する。

[0035] 平均粒子径 $3.0\mu\text{m}$ 以下という微細な原料酸化鉄粉から作製した酸化鉄粉を十分に還元して、見掛密度が $1.00\sim 1.40\text{Mg}/\text{m}^3$ で還元鉄粉を得る観点から、還元時間は120分以上とすることが好ましい。また、還元時間の上限については、特に制限はないが、効率的なプロセスの観点から240分程度とすることができる。

[0036] なお、本発明では、上記した還元鉄粉の製造条件以外の条件は、公知公用の還元鉄粉の製造条件が適用可能である。還元方法としては、例えば、水素などの還元雰囲気中でベルト炉等を用いて、大気圧下で加熱する方法が挙げられる。

[0037] 次に、本発明の還元鉄粉の実施形態について説明する。本発明の還元鉄粉は、見掛密度が $1.00\sim 1.40\text{Mg}/\text{m}^3$ であり、これは、既述のような製造方法によって初めて製造することができたものである。還元鉄粉の見掛密度が、 $1.00\text{Mg}/\text{m}^3$ 未満では、比表面積が過剰となって、大気中の酸素との反応が急速に進行する粉塵爆発の危険性が大きくなる。一方、還元鉄粉の見掛密度が、 $1.40\text{Mg}/\text{m}^3$ より大きい場合、化学反応性が不十分となる。また圧粉成型体の強度も低下するため、その後の工程における破損が発生し易くなり、軸受製造時の歩留まりも悪化する。

[0038] 還元鉄粉の見掛密度が $1.00\sim 1.40\text{Mg}/\text{m}^3$ の範囲にあると、成型体強度が増して軸受を高い歩留まりで製造することができる。また、見掛密度をこの範囲にすることにより、粗大な介在物が効果的に低減されるとともに、焼結後の強度も向上するため、軸受の品質が向上する。さらに、本発明の還元鉄粉は、単位質量当りの反応性に優れ、さらに粒子内部まで有効に反応材として利用できる。なお、本発明での見掛密度はJIS-Z-2504に準拠して測定している。

[0039] また、本発明の還元鉄粉の酸素量は $0.38\text{mass}\%$ 以下であることが好ましい。これにより、化学反応性の向上という効果、および、強度の高い軸受の高い歩留まりでの製造という効果をより十分に得ることができる。本発明の還元鉄粉の酸素量の下限については、特に制限はないが $0.10\text{mass}\%$ 程度である。

。

[0040] 還元鉄粉の比表面積が $0.20\text{m}^2/\text{g}$ 未満の場合、本発明に特徴的な鉄粉粒子が十分に形成されず、化学反応性が不十分である。従って、還元鉄粉の比表面積は $0.20\text{m}^2/\text{g}$ 以上が好ましい。また、鉄粉の比表面積の上限は特に限定されないが、ハンドリング等を考えると $0.4\text{m}^2/\text{g}$ 程度が好ましい。なお、本発明での比表面積は窒素ガスを用いたBET法により測定される。

[0041] また、本発明では、前述した本発明に従う還元鉄粉を原料として軸受を製造することができる。当該軸受けは、後述する実施例に記載のとおり、軸受作製時の歩留、軸受の強度、気孔率に優れており、化学反応性も高い。なお、本発明の還元鉄粉を原料とした軸受の製造方法は、本発明の還元鉄粉を原料とすること以外は常法によることができる。

実施例

[0042] 従来の還元鉄粉（2回の還元ステップにより得られる還元鉄粉）と、従来のアトマイズ鉄粉と、図1に示す製造工程を経た還元鉄粉（比較例1～5、発明例1～4）との比較を表1に示す。なお、比較例1～5と発明例1～4において、還元ガスには水素を用いている。また、上記の従来使用されている還元鉄粉は、鉄鉱石やミルスケールを原料とし、図1中、塊成化工程および分級工程が無く、コークス粉を添加してトンネル炉による一次還元を行った後、太枠の還元を行っている。

[0043] 表1に示す鉄粉の評価項目は、以下の方法で実施した。

原料酸化鉄粉の平均粒子径は、体積基準のレーザー回折法で測定した。

酸化鉄粉中の鉄分は、JIS-M-8212に則り測定した値を用いた。

塊成化後の酸化鉄粉の平均粒子径は、レーザー回折法で測定し、50%粒子径を用いた。

[0044] 還元鉄粉の見掛密度は、JIS-Z-2504に準拠して測定した。

還元鉄粉の平均粒子径は、体積基準のレーザー回折法で測定し、50%粒子径を用いた。

還元鉄粉のBET法による比表面積は、窒素ガスを用いて測定した。

還元鉄粉中の酸素量は、不活性ガス燃焼－赤外線吸収法（the inert gas fusion infrared absorption method ; GFA）により測定した。

[0045] 軸受作製時の歩留は、内径：0.4mmφ、外径：1.4mmφ、高さ：2～2.5mmの円筒形状に圧粉成型してから焼結を終えるまでの破損率が5%以下（歩留まり95%以上）を合格とした。強度は、円筒を倒した状態で、圧縮したときの強度であり17N/mm²以上が合格、17N/mm²未満が不合格とした。

[0046] 気孔率は含油軸受の性能を決める因子であり、適正值は18～22%である。気孔率の測定は水銀圧入法により行った。

[0047] 化学反応における反応率は、鉄への土壌中の硫黄分が吸着する反応（Fe+S=FeS）で評価した。この反応による吸着性は実用上ある水準以上であることが求められるので、表1では、化学反応性を指標とし、最低必要なレベルを1として、比によって示した。

[0048] さらに、図2には、本発明例1，2の還元鉄粉の外観像と断面像を、従来還元鉄粉と比較して示している。外観像は走査電子顕微鏡、断面像は光学顕微鏡を用いて撮影した。従来還元鉄粉に比べ、発明例1と発明例2では粒子内部に気孔を多く内包している。

[0049]

[表1]

還元鉄粉の製造条件					還元鉄粉の性状				軸受作成時の性状			化学 反応性 (-)	備考
原料酸化 鉄粉の 平均粒子径 (μm)	酸化鉄粉中 の鉄分 (mass%)	酸化鉄粉の 平均粒子径 (μm)	還元時間 (分)	還元温度 ($^{\circ}\text{C}$)	見掛け密度 (Mg/m^3)	平均 粒子径 (μm)	比表面積 (m^2/g)	酸素量 (mass%)	歩留 (%)	強度 (N/mm^2)	気孔率 (%)		
-	-	-	-	-	2.2~ 2.7	55~ 105	0.07~ 0.10	<0.40	84	15	18	0.7	従来 還元鉄粉
-	-	-	-	-	2.5~ 3.1	50~ 90	0.04~ 0.08	<0.30	62	9	24	0.5	従来 アトマイズ鉄粉
2.8	68.8	120	240	1050	1.48	100	0.20	0.22	92	18	20	0.8	比較例1
2.8	68.8	120	240	780	0.98	80	0.31	0.40	92	19	21	0.9	比較例2
3.2	68.8	150	240	850	0.95	90	0.28	0.45	92	19	20	0.9	比較例3
2.8	68.8	45	240	850	1.49	60	0.22	0.21	88	16	16	0.8	比較例4
2.8	68.8	220	240	850	0.95	150	0.33	0.55	92	19	26	0.8	比較例5
2.8	68.8	50	240	1000	1.38	80	0.22	0.25	96	21	22	1.4	発明例1
2.8	68.8	120	240	1000	1.32	80	0.25	0.27	98	25	21	1.3	発明例2
2.8	68.8	120	240	800	1.03	60	0.28	0.36	98	24	20	1.3	発明例3
2.8	68.2	110	240	850	1.12	80	0.25	0.43	95	17	19	1.2	発明例4
0.7	69.0	90	240	850	1.05	75	0.30	0.37	97	23	22	1.3	発明例5

表 1

- [0050] 比較例 1 は、酸化鉄粉を1050℃で還元した鉄粉であり、その見掛密度は1.48Mg/m³であり、本発明の範囲外である。還元率は比較的良好であるが、軸受作成時の歩留は不合格である。また、化学反応性も不合格である。
- [0051] 比較例 2 は、酸化鉄粉を780℃で還元した鉄粉であり、その見掛密度は0.98Mg/m³であり、本発明の範囲外である。軸受作成時の歩留と化学反応性は不合格である。
- [0052] 比較例 3 は、原料酸化鉄粉の平均粒子径が3.2μmであって、塊成化後の酸化鉄粉を850℃で還元した鉄粉であり、その見掛密度は0.95Mg/m³であり、本発明の範囲外である。還元率は比較的低く、軸受作成時の歩留は劣っており、化学反応性も不合格であった。
- [0053] 比較例 4 は、塊成化後の酸化鉄粉の平均粒子径を45μmとして製造した還元鉄粉であり、その見掛密度は1.49 Mg/m³であり、本発明の範囲外である。還元率は高く、軸受の強度は合格であるが、軸受作成時の歩留が不合格である。化学反応性も不合格であった。
- [0054] 比較例 5 は、塊成化後の酸化鉄粉の平均粒子径を220μmとして製造した還元鉄粉であり、その見掛密度が0.95Mg/m³であり、本発明の範囲外である。軸受の強度は合格であるが、軸受作成時の歩留は不合格である。気孔率は過剰であり、化学反応性も不合格であった。
- [0055] 発明例 1 は、塊成化後の酸化鉄粉の平均粒子径が50μmであって、塊成化後の酸化鉄粉を1000℃で還元した鉄粉であり、その見掛密度は1.38 Mg/m³である。還元率は高く、軸受作成時の歩留、軸受の強度および気孔率はいずれも合格である。また、化学反応性も良好な性能を示した。
- [0056] 発明例 2 は、塊成化後の酸化鉄粉の平均粒子径が120μmであって、塊成化後の酸化鉄粉を1000℃で還元した鉄粉であり、その見掛密度は1.32Mg/m³である。還元率は良好であり、軸受作成時の歩留、軸受の強度および気孔率はいずれも合格である。また、化学反応性も良好な性能を示した。
- [0057] 発明例 3 は、塊成化後の酸化鉄粉の平均粒子径が120μmであって、塊成化後の酸化鉄粉を800℃で還元した鉄粉であり、その見掛密度は1.03Mg/m³である。

。還元率は良好であり、軸受作成時の歩留、軸受の強度および気孔率はいずれも合格である。また、化学反応性も良好な性能を示した。

[0058] 発明例 4 は、塊成化後の酸化鉄粉中の鉄分が68.2mass%である鉄粉であり、還元後の鉄粉の酸素量は0.43mass%であるが、その見掛密度は1.12 Mg/m³である。化学反応性は良好な性能を示し、軸受作成時の歩留、軸受の強度および気孔率はいずれも合格であった。

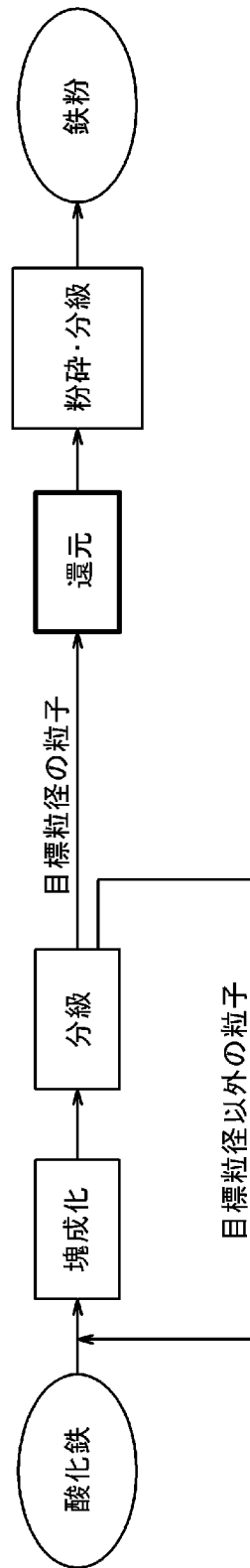
[0059] 発明例 5 は、原料酸化鉄粉の平均粒子径を0.7 μmとした場合であり、酸化鉄粉の平均粒径は90 μmであるが、その見掛密度は1.05Mg/m³である。化学反応性は良好な性能を示し、軸受作成時の歩留、軸受の強度および気孔率はいずれも合格であった。

請求の範囲

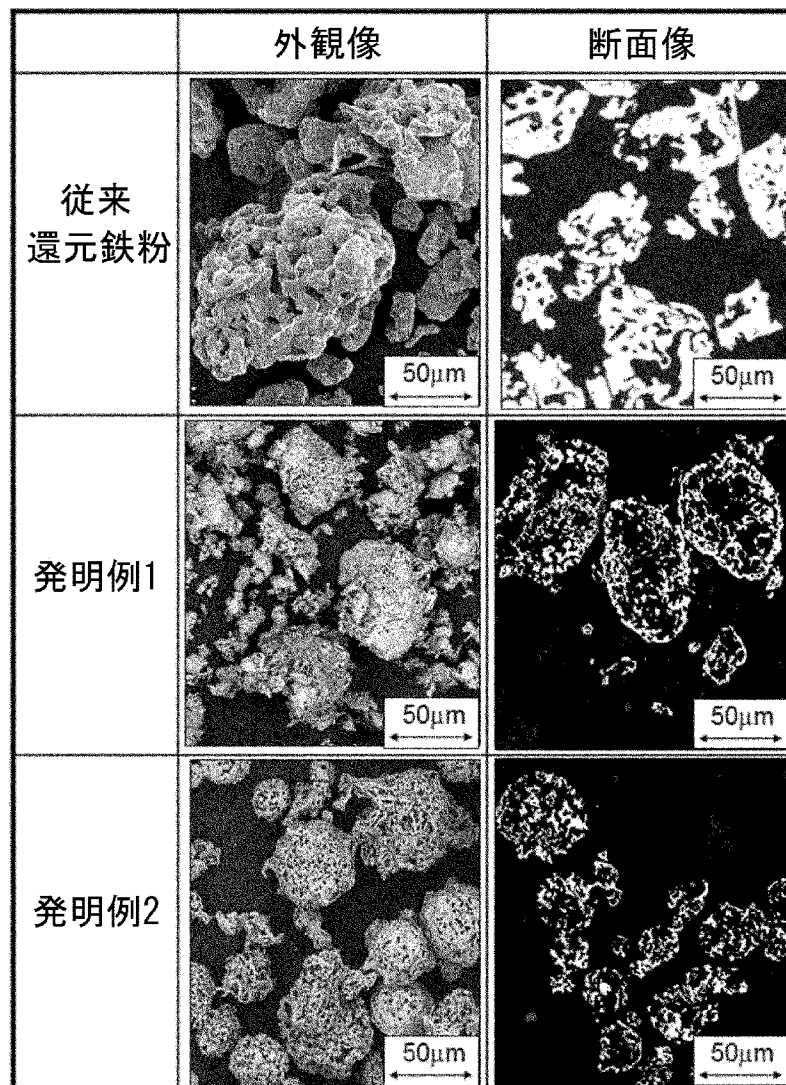
- [請求項1] 見掛密度が $1.00\sim 1.40\text{Mg}/\text{m}^3$ であることを特徴とする還元鉄粉。
- [請求項2] 前記還元鉄粉中の酸素量が $0.38\text{mass}\%$ 以下であることを特徴とする請求項1に記載の還元鉄粉。
- [請求項3] 前記還元鉄粉の比表面積が $0.20\text{m}^2/\text{g}$ 以上であることを特徴とする請求項1または2に記載の還元鉄粉。
- [請求項4] 請求項1～3のいずれか1項に記載の還元鉄粉を製造する方法であって、
レーザー回折法による測定による平均粒子径が $3.0\mu\text{m}$ 以下である原料酸化鉄粉を塊成化して酸化鉄粉とする工程と、
その後、前記酸化鉄粉を $800\sim 1000^\circ\text{C}$ で水素を用いて還元して還元鉄粉とする工程と、
を有することを特徴とする還元鉄粉の製造方法。
- [請求項5] 前記酸化鉄粉の還元前に、前記酸化鉄粉を分級して、前記酸化鉄粉のレーザー回折法による測定による平均粒子径を $50\sim 200\mu\text{m}$ とすることを特徴とする請求項4に記載の還元鉄粉の製造方法。
- [請求項6] 前記酸化鉄粉中の鉄分を $68.8\text{mass}\%$ 以上とすることを特徴とする請求項4または5に記載の還元鉄粉の製造方法。
- [請求項7] 請求項1～3のいずれか1項に記載の還元鉄粉を原料とする軸受。

[図1]

FIG. 1



[図2]

FIG. 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/000170

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B22F1/00(2006.01)i, B22F5/00(2006.01)i, B22F9/22(2006.01)i

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

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B22F1/00, B22F5/00, B22F9/22

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

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 52-47503 A (Dowa Mining Co., Ltd.), 15 April 1977 (15.04.1977), page 1, left column, lines 16 to 19; page 2, upper right column, line 20 to page 3, upper right column, line 14; page 4, upper left column, line 10 to lower right column, line 11 (Family: none)	1, 4, 7 4-7
X Y	JP 49-38867 A (Kawasaki Steel Corp.), 11 April 1974 (11.04.1974), page 1, left column, lines 14 to 18; page 2, lower left column, line 12 to page 4, upper left column, line 11 (Family: none)	1-3 4-7

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
25 February 2016 (25.02.16)

Date of mailing of the international search report
08 March 2016 (08.03.16)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/000170

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 7-310101 A (Powdertech Co., Ltd.), 28 November 1995 (28.11.1995), entire text; all drawings (Family: none)	1-7

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. B22F1/00(2006.01)i, B22F5/00(2006.01)i, B22F9/22(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. B22F1/00, B22F5/00, B22F9/22

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2016年
日本国実用新案登録公報	1996-2016年
日本国登録実用新案公報	1994-2016年

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

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X Y	JP 52-47503 A（同和鉱業株式会社）1977.04.15, 第1頁左欄第16-19行, 第2頁右上欄第20行-第3頁右上欄第14行, 第4頁左上欄第10行-右下欄第11行（ファミリーなし）	1, 4, 7 4-7
X Y	JP 49-38867 A（川崎製鉄株式会社）1974.04.11, 第1頁左欄第14-18行, 第2頁左下欄第12行-第4頁左上欄第11行（ファミリーなし）	1-3 4-7
A	JP 7-310101 A（パウダーテック株式会社）1995.11.28, 全文, 全図（ファミリーなし）	1-7

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

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

の日の後に公表された文献

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

国際調査を完了した日

25.02.2016

国際調査報告の発送日

08.03.2016

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（ISA/J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

田中 永一

4 K

9539

電話番号 03-3581-1101 内線 3435