



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102188933 B

(45) 授权公告日 2016. 05. 25

(21) 申请号 201110051857. 2

(22) 申请日 2011. 03. 03

(30) 优先权数据

2010-047142 2010. 03. 03 JP

(73) 专利权人 精工爱普生株式会社

地址 日本东京

(72) 发明人 门村刚志

(74) 专利代理机构 北京康信知识产权代理有限
责任公司 11240

代理人 余刚 吴孟秋

(51) Int. Cl.

B01J 2/28(2006. 01)

(56) 对比文件

US 4277288 A, 1981. 07. 07,

US 5575830 A, 1996. 11. 19,

审查员 徐雪锋

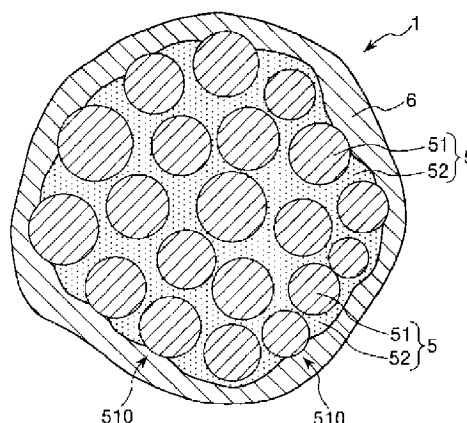
权利要求书2页 说明书18页 附图4页

(54) 发明名称

造粒粉末以及造粒粉末的制造方法

(57) 摘要

本发明提供了造粒粉末和造粒粉末的制造方法。造粒粉末包括用有机粘合剂粘金属粉末中的多个金属粒子而造粒成的二次粒子、以及以覆盖二次粒子的表面的方式设置的外侧被覆层。该外侧被覆层由水溶性比有机粘合剂低材料构成。水溶性比有机粘合剂低材料是有机胺类或其衍生物以及丙烯酸系树脂中的任一种。并且,优选外侧被覆层在与二次粒子的界面的至少一部分上与金属粒子的表面接触。



1. 一种造粒粉末, 其特征在于, 包括:
用有机粘合剂粘合多个金属粒子而成的二次粒子、以及
以覆盖所述二次粒子的表面的方式设置的外侧被覆层,
所述外侧被覆层由水溶性比所述有机粘合剂低的材料构成,
所述水溶性比所述有机粘合剂低的材料是有机胺类或其衍生物以及丙烯酸系树脂中的任一种。
2. 根据权利要求1所述的造粒粉末, 其特征在于,
相对于所述金属粒子100重量份, 所述外侧被覆层的丰度比是0.02重量份以上、0.8重量份以下。
3. 根据权利要求1或2所述的造粒粉末, 其特征在于,
水溶性比所述有机粘合剂低的材料是有机胺类或其衍生物,
所述外侧被覆层在与所述二次粒子的界面的至少一部分上与所述金属粒子的表面接触。
4. 根据权利要求1所述的造粒粉末, 其特征在于,
所述有机胺类或其衍生物是烷基胺、环烷基胺、烷醇胺及他们的衍生物中的至少一种。
5. 根据权利要求1所述的造粒粉末, 其特征在于,
所述有机胺类的衍生物是所述有机胺类的亚硝酸盐、所述有机胺类的羧酸盐、所述有机胺类的铬酸盐以及所述有机胺类的醋酸盐中的任一种。
6. 根据权利要求1或2所述的造粒粉末, 其特征在于,
所述有机粘合剂包括聚乙烯醇或聚乙烯吡咯烷酮。
7. 根据权利要求1或2所述的造粒粉末, 其特征在于,
所述金属粒子的表面被与所述外侧被覆层同样构成的内侧被覆层覆盖。
8. 根据权利要求1或2所述的造粒粉末, 其特征在于,
所述金属粒子是Fe基合金粉末,
该造粒粉末基于JIS Z 2502中规定的金属粉的流动性试验方法测得的流动度为33(sec/50g)以下。
9. 一种造粒粉末的制造方法, 其特征在于,
所述造粒粉末包括: 用有机粘合剂粘合多个金属粒子而成的二次粒子、以及以覆盖所述二次粒子的表面的方式设置的外侧被覆层, 所述造粒粉末的制造方法包括: 通过边供给所述有机粘合剂的溶液, 边使多个金属粒子翻滚和/或流动而获得所述二次粒子的第一步骤; 以及
向所述二次粒子供给水溶性比所述有机粘合剂低的地方的溶液而形成所述外侧被覆层的第二步骤,
所述水溶性比所述有机粘合剂低的材料是有机胺类或其衍生物以及丙烯酸系树脂中的任一种。
10. 根据权利要求9所述的造粒粉末的制造方法, 其特征在于,
通过喷雾供给水溶性比所述有机粘合剂低的地方的溶液。
11. 一种造粒粉末, 其特征在于,
所述造粒粉末包括多个金属粒子, 并通过在通过使有机粘合剂介于所述金属粒子之间

而整体形成的球状体的表面上覆盖水溶性比所述有机粘合剂低的材料而形成，

所述水溶性比所述有机粘合剂低的材料是有机胺类或其衍生物以及丙烯酸系树脂中的任一种。

造粒粉末以及造粒粉末的制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及造粒粉末以及造粒粉末的制造方法。

背景技术

[0002] 作为成形金属粉末的方法,已知将金属粉末和有机粘合剂的混合物填充至规定的成形模具内并通过压缩得到规定形状的成形体的压缩成形法。得到的成形体经过去除有机粘合剂的脱脂处理和对金属粉末进行烧结的烧制处理,变为金属烧结体。这样的技术是粉末冶金技术的一例,由于可根据成形模具的形状大量地制造形状复杂的金属烧结体,近年来在许多工业领域普及开来。

[0003] 在压缩成形法中,首先,需要在成形模具内尽量无间隙地填充金属粉末。这是因为若成形模具内存在间隙,则该间隙作为空穴残留在成形体内,最终会损害金属烧结体的致密性。

[0004] 然而,作为金属粉末,有时使用平均粒径 $10\mu\text{m}$ 以下的细微粉末。这种细微粉末由于流动性低,缺乏向成形模具内的填充性。因此,试图通过将金属粉末和有机粘合剂的混合物造粒成更大的粒子改善流动性。在对混合物造粒时,金属粉末中的多个粒子通过有机粘合剂粘合从而变成更大的造粒粉末。由于造粒粉末比金属粉末流动性高,向成形模具内的填充性好,所以可制造出致密的成形体以及烧结体。

[0005] 例如,在专利文献1中,公开了在制造铁基合金的金属烧结体时,在通过球形整粒机对金属粉末造粒后,将得到的造粒粉末填充到金属模具的模具型腔中并压缩成形。

[0006] 并且,公开了通过球形化造粒粉末的形状提高流动性,从而使填充到模具型腔中的原料粉末的量均匀,稳定了成形体的重量。

[0007] 然而,虽然通过球形化造粒粉末能提高流动性,但在成形模具中存在狭小部分或成形模具的一部分较深的情况下,造粒粉末的填充性会产生问题,可能无法得到所需形状的产品。

[0008] [现有技术文献]

[0009] [专利文献]

[0010] 专利文献1:特开2008-189993号公报

发明内容

[0011] 本发明的目的在于提供流动性高、成形时的填充性高的造粒粉末以及可高效地制造该造粒粉末的造粒粉末制造方法。

[0012] 通过下述的本发明可达到上述目的。

[0013] 本发明的造粒粉末的特征在于,包括:用有机粘合剂粘合多个金属粒子而成的二次粒子、以及以覆盖上述二次粒子的表面的方式设置的外侧被覆层,上述外侧被覆层由水溶性比上述有机粘合剂低的材料构成。

[0014] 由此可得到流动性高、成形时的填充性高的造粒粉末。通过使用该造粒粉末可得

到密度大且尺寸精度高的烧结体。

[0015] 在本发明的造粒粉末中,优选相对于上述金属粒子100重量份,上述外侧被覆层的丰度比是0.02重量份以上、0.8重量份以下。

[0016] 这样,形成不厚不薄的外侧被覆层,可充分提高造粒粉末的流动性。

[0017] 在本发明的造粒粉末中,优选水溶性比上述有机粘合剂低的材料是有机胺类或其衍生物以及丙烯酸系树脂中的任一种。

[0018] 这样,由于形成吸湿性低的外侧被覆层,可特别提高造粒粉末的流动性。并且,由于能减少二次粒子与大气的接触机会,从而可从氧气或水分等保护金属粒子,并最终得到密度大、氧气含量低且耐候性好的烧结体。

[0019] 在本发明的造粒粉末中,优选水溶性比上述有机粘合剂低的材料是有机胺类或其衍生物,上述外侧被覆层在与上述二次粒子的界面的至少一部分上与上述金属粒子的表面接触。

[0020] 这样,有机胺类中的氨基自发且牢固地吸附到金属粒子的表面上。结果,可降低外侧被覆层的剥离概率从而稳定地提高造粒粉末的流动性以及耐候性。

[0021] 在本发明的造粒粉末中,优选上述有机胺类或其衍生物是烷基胺、环烷基胺、烷醇胺及他们的衍生物中的至少一种。

[0022] 这些有机胺类由于相互作用性低,有助于进一步提高造粒粉末的流动性。

[0023] 在本发明的造粒粉末中,优选上述有机胺类的衍生物是上述有机胺类的亚硝酸盐、上述有机胺类的羧酸盐、上述有机胺类的铬酸盐以及上述有机胺类的醋酸盐中的任一种。

[0024] 这些有机胺类的衍生物由于相互作用性低,有助于进一步提高造粒粉末的流动性。

[0025] 在本发明的造粒粉末中,优选上述有机粘合剂包括聚乙烯醇或聚乙烯吡咯烷酮。

[0026] 这些粘合剂成分由于粘合性高,所以即使比较少的量也能高效地形成造粒粉末。并且,由于热分解性也高,所以可在脱脂及烧制时在短时间内确实地分解并除去。

[0027] 在本发明的造粒粉末中,优选上述金属粒子的表面被与上述外侧被覆层同样构成的内侧被覆层覆盖。

[0028] 这样,通过形成两层被覆层可进一步减少构成金属粒子的金属材料与大气接触的机会。并且,在将造粒粉末填充到成形模具中而成形时,虽然造粒粉末的各粒子因受到压缩力而崩解,但可提高此时的金属粒子之间的润滑性。结果,成形体的保形性提高,最终可得到尺寸精度高的烧结体。

[0029] 在本发明的造粒粉末中,优选上述金属粒子是Fe基合金粉末,该造粒粉末基于JIS Z 2502中规定的金属粉的流动性试验方法测得的流动度为33(sec/50g)以下。

[0030] 这样,可得到即使成形模具中存在狭小部分以及局部深的部分,也能无间隙地流入该狭小部分或深的部分从而确实地填充成形模具的造粒粉末。结果,可得到均质且密度大的烧结体。

[0031] 本发明的造粒粉末的制造方法的特征在于,上述造粒粉末包括:用有机粘合剂粘合多个金属粒子而成的二次粒子、以及以覆盖上述二次粒子的表面的方式设置的外侧被覆层,上述造粒粉末的制造方法包括:通过边供给上述有机粘合剂的溶液、边使多个金属粒子

翻滚和/或流动而获得上述二次粒子的第一步骤;以及向上述二次粒子供给水溶性比上述有机粘合剂低的材料的溶液而形成上述外侧被覆层的第二步骤。

[0032] 由此可高效地制造流动性高、成形时的填充性高的造粒粉末。

[0033] 在本发明的造粒粉末的制造方法中,优选通过喷雾供给水溶性比上述有机粘合剂低的材料的溶液。

[0034] 这样,由于能慢慢地向二次粒子供给此溶液,与一次供给大量的溶液的情况相比,可抑制二次粒子的崩解。同时,由于可不浪费地供给低水溶性材料的溶液,容易控制供给量。

附图说明

[0035] 图1是示出本发明的造粒粉末中的一个粒子的实施方式的截面图。

[0036] 图2是示出本发明的造粒粉末的另一结构例的截面图。

[0037] 图3是示出本发明的造粒粉末的制造方法中使用的转动造粒装置的结构模式图。

[0038] 图4是针对将聚乙烯醇用作有机粘合剂时的造粒粉末,以低水溶性材料的添加量为横轴、以造粒粉末的流动度为纵轴示出各实施例1B~8B以及比较例1B所得的造粒粉末的分布的图。

[0039] 图5是针对将聚乙烯吡咯烷酮用作有机粘合剂时的造粒粉末,以低水溶性材料的添加量为横轴、以造粒粉末的流动度为纵轴示出用各实施例9B~16B以及比较例2B所得的造粒粉末的分布的图。

具体实施方式

[0040] 以下,参考附图并基于优选实施方式来详细说明本发明的造粒粉末以及造粒粉末的制造方法。

[0041] 本发明的造粒粉末含有金属粉末和有机粘合剂,包括用有机粘合剂粘合金属粉末中的多个金属粒子并造粒而得的二次粒子。

[0042] 而且,本发明的造粒粉末包括以覆盖上述二次粒子的表面的方式设置的外侧被覆层。该外侧被覆层是由水溶性比有机粘合剂低的材料构成的。

[0043] 这种造粒粉末由于设置了外侧被覆层,所以流动性提高,成形时的填充性提高。因此,通过使用该造粒粉末可得到成形性(成形模具的转印性)良好且密度大的烧结体。

[0044] 以下,详述本发明的造粒粉末。

[0045] (金属粉末)

[0046] 作为本发明的造粒粉末中包含的金属粉末,无特别限定,例如可举出Mg、Al、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Y、Zr、Nb、Mo、Pd、Ag、In、Sn、Ta、W或它们的合金。

[0047] 其中,优选金属粉末使用不锈钢、模具钢、高速工具钢、低碳钢、Fe-Ni合金、Fe-Ni-Co合金等各种Fe基合金粉末。这种Fe基合金由于机械特性良好,故使用该Fe基合金粉末得到的烧结体的机械特性良好,可用于广泛的用途中。

[0048] 此外,作为不锈钢,例如可举出SUS304、SUS316、SUS317、SUS329、SUS410、SUS430、SUS440和SUS630等。

[0049] 并且,金属粉末的平均粒径优选为 $1\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下,更优选为 $3\mu\text{m}$ 以上 $20\mu\text{m}$ 以下,进一步优选为 $3\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 以下。这种粒径的金属粉末可避免成形时的压缩性的降低同时最终制造出充分致密的烧结体。

[0050] 此外,如果平均粒径不满上述下限值,则造粒前金属粉末易于凝集,从而可能在造粒粉末的粒子之间产生金属粉末含量上的偏差或成形时的压缩性显著降低。另一方面,如果平均粒径超过上述上限值,则成形时造粒粉末的粒子间的间隙可能过大,最终得到的烧结体的致密化可能不充分。

[0051] 并且,本发明中使用的金属粉末例如在Fe基合金粉末的情况下的振实密度优选为 $3.5\text{g}/\text{cm}^3$ 以上,更优选为 $3.8\text{g}/\text{cm}^3$ 以上。如果是这种振实密度大的金属粉末,则获得造粒粉末时粒子间的填充性变得特别高。因此,最终可得到特别致密的烧结体。

[0052] 并且,本发明中使用的金属粉末的比表面积无特别限定,优选为 $0.15\text{m}^2/\text{g}$ 以上,更优选为 $0.2\text{m}^2/\text{g}$ 以上,进一步优选为 $0.3\text{m}^2/\text{g}$ 以上。如果是这种比表面积大的金属粉末,则由于表面活性(表面能量)变高,所以即使给予较少的能量也能容易地烧结。因此,在烧结成形时,可在更短的时间内烧结。结果,即使是低温下的烧制也能实现烧结体的致密化。

[0053] 这种金属粉末可以通过例如任何方法制造的,例如可使用通过雾化法(水雾化法、气体雾化法和高速旋转水流雾化法等)、还原法、羰基法和粉碎等方法制造的金属粉末。

[0054] 其中,金属粉末优选使用通过雾化法制造的金属粉末。根据雾化法可高效地制造上述那样的平均粒径极其微小的金属粉末。并且,可得到粒径偏差小、粒径一致的金属粉末。因此,通过使用这种金属粉末可确实地防止烧结体中的气孔的生成并实现密度的提高。

[0055] 并且,由于用雾化法制造的金属粉末形成比较接近正圆球的球形,对粘合剂的分散性和流动性好。因此,在将造粒粉末填充到成形模具中并成形时,可提高其填充性以及均匀性,从而最终可得到更致密的烧结体。

[0056] (有机粘合剂)

[0057] 作为本发明的造粒粉末中含有的有机粘合剂,例如可举出聚乙烯、聚丙烯和乙烯-醋酸乙烯共聚物等聚烯烃;聚甲基丙烯酸甲酯和聚甲基丙烯酸丁酯等丙烯酸系树脂;聚苯乙烯等苯乙烯系树脂;聚氯乙烯、聚偏二氯乙烯、聚酰胺、聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚对苯二甲酸丁二醇酯等聚酯;聚醚、聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮或它们的共聚物等各种树脂;或者各种蜡、石蜡、高级脂肪酸(例:硬脂酸)、高级醇、高级脂肪酸酯、高级脂肪酸酰胺等各种有机粘合剂,可使用它们之中的一种或两种以上混合使用。

[0058] 其中,作为有机粘合剂,优选含有聚乙烯醇或聚乙烯吡咯烷酮的有机粘合剂。这些粘合剂成分由于粘合性高,所以即使是比较少的量也能高效地形成造粒粉末。并且,由于热分解性也高,所以可在脱脂及烧制时在短时间内确实地分解除去。

[0059] 并且,从外侧被覆层6表现疏水性(油性)这一观点出发,通过将亲水性(水溶性)高的聚乙烯醇以及聚乙烯吡咯烷酮用作有机粘合剂,可使用油溶性的溶剂作为形成外侧被覆层6时所使用的溶剂。也就是说,通过在形成外侧被覆层6时使用油溶性的溶剂,可防止有机粘合剂的溶解并有效地防止二次粒子的崩解。

[0060] 并且,有机粘合剂的含量优选为造粒粉末整体的以质量计 0.2% 以上 10% 以下左右,更优选为以质量计 0.3% 以上 5% 以下左右,进一步优选为以质量计 0.3% 以上 2% 以下。

通过使有机粘合剂的含量在上述范围内,可以确实地防止造出显著大的粒子或残留未造粒的金属粒子,同时可高效地形成造粒粉末。并且,由于提高了成形性,可以使成形体的形状的稳定性等特别好。并且,通过使有机粘合剂的含量在上述范围内,可优化成形体与脱脂体的大小的差即所谓的收缩率,从而防止最终得到的烧结体的尺寸精度的降低。

[0061] (造粒粉末)

[0062] 本发明的造粒粉末包括用上述那样的有机粘合剂粘合上述那样的金属粉末中的多个金属粒子而成的二次粒子以及覆盖该二次粒子的表面的外侧被覆层。

[0063] 图1是示出本发明的造粒粉末中的一个粒子的实施方式的截面图。

[0064] 本发明的造粒粉末中的造粒粒子1包括二次粒子5和外侧被覆层6。

[0065] 其中,二次粒子5含有多个金属粒子51,由于有机粘合剂52介于各粒子之间,整体形成球状。

[0066] 在图1所示的二次粒子5中,有机粘合剂52介于金属粒子51之间,同时也覆盖着各金属粒子51而存在。因而,各金属粒子51处于分散在有机粘合剂52的基质中的状态。

[0067] 另一方面,外侧被覆层6以覆盖二次粒子5的表面的方式设置。该外侧被覆层6由比有机粘合剂水溶性低的材料构成。

[0068] 通过包括这样的外侧被覆层6,造粒粒子1的流动性以及耐候性高。这是因为比有机粘合剂水溶性低的材料(以下简称为“低水溶性材料”)吸湿性也低。也就是说,由于可防止因吸湿而增大造粒粒子1的表面的摩擦系数,所以可提高造粒粒子1的流动性以及耐候性。

[0069] 并且,在将造粒粒子1填充至成形模具中成形时,可防止成形模具与造粒粒子1的粘着,从而提高成形体的脱模性。

[0070] 此外,造粒粒子1的吸湿即使不是在高湿度的环境下,在通常的大气中就可发生。特别地,在湿度上升的夏季,造粒粒子1随着吸湿而流动性降低、耐候性降低的问题显著。因此,现有的造粒粒子1的特性产生季节性变化,最终得到的烧结体的特性也不均匀。

[0071] 与此相对,根据本发明可抑制上述那样的造粒粒子1的特性的季节性变化从而制造出均匀特性的烧结体。

[0072] 作为上述那样的低水溶性材料,例如可举出有机胺类或其衍生物、丙烯酸系树脂、表面活性剂和聚乙烯醇缩丁醛等。

[0073] 其中,优选使用有机胺类或其衍生物或丙烯酸系树脂的任一种。

[0074] 这是因为有机胺类各分子中包含活性比较高的氨基,该氨基吸附到二次粒子5的粒子表面,可降低各二次粒子5之间的摩擦。并且,氨基吸附到二次粒子5的粒子表面时,活性比较低的官能团向二次粒子5侧的相反侧(外侧)取向的概率提高。由于该官能团之间缺乏相互作用性且表现疏水性,所以即使各二次粒子5接近,粒子间产生相互作用的概率也变低。并且,外侧被覆层6的吸湿性也变低。结果,由于造粒粉末的流动性提高且二次粒子5之间的粒子间距离容易变小,所以有助于成形体的致密化、烧结体的致密化。

[0075] 另一方面,丙烯酸系树脂对各种有机粘合剂成分的吸附性高且表现疏水性。因此,由丙烯酸系树脂构成的外侧被覆层6的吸湿性低,有助于提高造粒粉末的流动性。此外,由于吸附到二次粒子5表面的有机胺类或其衍生物或丙烯酸系树脂使二次粒子5与外气的接触机会减少,将金属粒子51从氧气或水分等保护起来,提高了金属粒子51的耐候性。结果,

最终可得到密度高、氧气含量低且耐候性良好的烧结体。

[0076] 这里,外侧被覆层6的丰度比无特别限定,相对于多个金属粒子51的100重量份,优选为0.02重量份以上0.8重量份以下,更优选为0.05重量份以上0.6重量份以下,进一步优选为0.07重量份以上0.5重量份以下。通过使外侧被覆层6的丰度比位于上述范围内,可形成不厚不薄的外侧被覆层6,从而充分地提高造粒粉末的流动性。具体地说,与没有外侧被覆层6的情况相比,造粒粉末的流动度可提高1.5%以上。若取得这样的流动度的提高,可将最终得到的烧结体的相对密度提高2%以上。

[0077] 此外,在外侧被覆层6的丰度比低于上述下限值的情况下,外侧被覆层6中断的概率可能变高。另一方面,在外侧被覆层6的丰度比超过上述上限值的情况下,造粒粉末整体中的外侧被覆层6的丰度比过高,可能残留在烧结体中或降低烧结体的密度。

[0078] 作为有机胺类或其衍生物,例如可举出烷基胺类、环烷基胺类、醇胺类、烯丙胺类、芳香胺类、烷氧基胺类或它们的衍生物等,其中特别优选使用烷基胺类、环烷基胺类、烷醇胺类以及它们的衍生物之中的至少一种。由这些胺类构成的外侧被覆层6的相互作用性低,有助于进一步提高造粒粉末的流动性。

[0079] 作为烷基胺类,例如可举出正己胺、正庚胺、正辛胺(nomal octylamine)和2-乙基己基胺等单烷基胺类、二异丁基胺等二烷基胺类以及二异丙基乙基胺等三烷基胺类等。

[0080] 并且,作为环烷基胺类,例如可举出环己胺和二环己胺等。

[0081] 并且,作为烷醇胺类,例如可举出单乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺、单丙醇胺、二丙醇胺、三丙醇胺、N,N-二甲基乙醇胺、N,N-二乙基乙醇胺、N-氨基乙基乙醇胺、N-甲基乙醇胺和N-甲基二乙醇胺等。

[0082] 而且,作为这些有机胺类的衍生物,无特别限定,优选使用有机胺类的亚硝酸盐、有机胺类的羧酸盐、有机胺类的铬酸盐和有机胺类的醋酸盐等。由这些胺类构成的外侧被覆层6的相互作用性低,有助于进一步提高造粒粉末的流动性。

[0083] 另一方面,作为丙烯酸系树脂,例如可举出聚(甲基)丙烯酸甲酯、聚(甲基)丙烯酸丁酯、聚(甲基)丙烯酸异丁酯、聚(甲基)丙烯酸2-乙基己基酯和聚(甲基)丙烯酸月桂酯等聚(甲基)丙烯酸烷基酯、以及两种以上的上述聚(甲基)丙烯酸烷基酯用的单体共聚而得的共聚聚合物等。

[0084] 并且,在不损害丙烯酸系树脂的分解性的范围内,也可以是上述聚(甲基)丙烯酸烷基酯用的单体与能共聚的其它的单体(例如甲基丙烯酸缩水甘油酯、羟基甲基丙烯酸酯和苯乙烯等)的共聚树脂。

[0085] 此外,可以单独使用这些树脂,也可两种以上并用。此外,(甲基)丙烯酰基意味着甲基丙酰基或丙烯酰基。

[0086] 在上述的(甲基)丙烯酸系树脂之中,从热分解性这点来看,优选使用聚甲基丙烯酸丁酯、聚甲基丙烯酸异丁酯、聚甲基丙烯酸月桂酯或以它们为主要成分的树脂。

[0087] 外侧被覆层6的平均厚度优选为1nm以上1000nm以下左右。更优选5nm以上500nm以下左右。通过使平均厚度在上述范围内,可充分地实现用外侧被覆层6提高造粒粉末的流动性以及耐候性。

[0088] 此外,在外侧被覆层6的平均厚度低于上述下限值的情况下,外侧被覆层6中断的概率变高。另一方面,在外侧被覆层6的平均厚度超过上述上限值的情况下,造粒粉末整体

中的外侧被覆层6的丰度比可能变得过高。

[0089] 然而,在如图1所示的二次粒子5中,如前所述,有机粘合剂52存在于金属粒子51之间,同时有机粘合剂52也覆盖着各金属粒子51而存在。因此,在外侧被覆层6与二次粒子5的交界面处,主要是外侧被覆层6与有机粘合剂52相接触。

[0090] 这里,优选在二次粒子5的表面的一部分上金属粒子51具有露出的部分(图1所示的露出部分510)。外侧被覆层6更强地紧粘在这样的金属粒子51的露出部分510上,同时得到高密度的外侧被覆层6。这可认为是因为外侧被覆层6中的氨基主动地吸附到露出部分510上。此外,该吸附可认为是由作为极性基团的氨基所具有的孤立电子对与露出部分510的吸附位点的相互作用引起的。通过这样的相互作用可降低外侧被覆层6的剥离概率,从而得到能稳定地提高流动性以及耐候性的造粒粒子1。

[0091] 上述那样的造粒粉末流动性高。具体地说,在将Fe基合金粉末用作金属粉末的情况下,以JIS Z 2502中规定的金属粉的流动性试验方法为基准测定的本发明的造粒粉末的流动度优选为33[sec/50g]以下,更优选为32[sec/50g]以下,进一步优选为31[sec/50g]以下。即使成形模具中具有狭小部分以及局部深的部分,具有这样的流动度的造粒粉末也可无间隙地流动至该部分从而确实地填充成形模具。结果,可以得到期望尺寸且均质的高密度的烧结体。

[0092] 此外,如下地测定造粒粉末的流动度。

[0093] 首先,准备校正好的用于测定的漏斗,在塞住漏斗的漏孔的状态下,向漏斗内加入作为测定对象的造粒粉末50g。接着,在打开漏孔的同时开始计时,然后,在最后的造粒粉末离开漏孔的瞬间结束计时。接着,在造粒粉末的落下所需的时间的平均值上乘上漏斗上所设定的校正系数,作为流动度的测定值。如上那样测定流动度。并且,本发明的造粒粉末的各粒子形状对流动性以及填充性具有极大的影响。从这一点来看,造粒粉末的各粒子形状优选为接近正球形。

[0094] (另一结构例)

[0095] 这里,说明本发明的造粒粉末的另一结构例。

[0096] 图2是示出本发明的造粒粉末的另一结构例的截面图。

[0097] 图2所示的造粒粒子1是金属粒子51包括芯部511和覆盖芯部511的内侧被覆层512的造粒粒子,除此以外与图1中所示的造粒粒子1相同。

[0098] 芯部511与图1中的金属粒子51相同,由各种金属材料形成。另一方面,内侧被覆层512与图1中的外侧被覆层6相同,由有机胺类形成,具有与前述的外侧被覆层6相同的结构。

[0099] 也就是说,图2中所示的造粒粒子1是具有直接覆盖由金属材料形成的芯部511的内侧被覆层512以及覆盖包括这些结构的二次粒子5的外侧被覆层6这两层被覆层的造粒粒子。因此,具有与图1所示的造粒粒子1相同的流动性,并且具有更好的耐候性。这是因为通过两层被覆层可进一步减少芯部511与外气的接触机会。通过使用这样的造粒粉末可得到特别高密度的烧结体。

[0100] 并且,在将造粒粒子1填充到成形模具中而成形的情况下,通过向造粒粒子1施加压缩力来成形为规定的形状,此时由于伴随造粒粒子1的崩解,成形体的保形性得以体现。此时,通过设置覆盖芯部511的内侧被覆层512,金属粒子51之间的润滑性提高,从而实现顺利的崩解。结果,成形体的保形性提高,最终得到尺寸精度高的烧结体。

[0101] (造粒粉末的制造方法)

[0102] 接着,说明本发明的造粒粉末的制造方法的实施方式。

[0103] 以下,在说明造粒粉末的制造方法之前,先说明该制造方法中使用的造粒装置。

[0104] 图3是示出本发明的造粒粉末的制造方法中使用的转动造粒装置的结构模式图。此外,图3(a)是转动造粒装置的纵截面图,图3(b)是图3(a)的A-A线截面图。

[0105] 转动造粒装置100包括用于进行造粒的处理容器10、设置在处理容器10内的桨叶20以及十字螺刀30和喷嘴40。

[0106] 处理容器10如图3(a)所示,包括底部11和从底部11竖立的侧壁部12,侧壁部12是从上方到下方内径以及外径递增的锤状(例如圆锥台筒状)。通过使处理容器10(侧壁部12)具有这样的形状,可在处理容器10内形成由桨叶20吹向处理容器10的外周侧的粉末从处理容器10的中央侧下落而成的气流。结果,可均匀地处理粉末从而高效地制造粒度分布尖锐的造粒粉末。

[0107] 并且,处理容器10在上方具有开口,安装盖部13以塞住该开口。桨叶20包括基部23以及一端固定在该基部23上且放射状地大致等间隔地设置的三个旋转翼21、21、21。并且,在处理容器10的底部11的中心处设置贯通孔110,该贯通孔110中穿插有旋转驱动轴22。

[0108] 旋转驱动轴22的上端固定在基部23,下端与旋转驱动源(省略图示)连接。然后,该旋转驱动源沿正反方向旋转驱动该旋转驱动轴22,从而旋转桨叶20。

[0109] 并且,分别相对旋转驱动轴22倾斜地固定旋转翼21、21、21,使得桨叶20的旋转方向前方侧成为下斜面。因而,伴随着桨叶20的旋转,可高效地弹起粉末从而形成前述那样的气流。

[0110] 在处理容器10的侧壁部12设置贯通孔130,在该贯通孔130中穿插旋转驱动轴31。

[0111] 旋转驱动轴31的一端固定在十字螺刀30上,另一端与旋转驱动源(省略图示)连接。然后,该旋转驱动源沿正反方向旋转驱动该旋转驱动轴31,从而使十字螺刀30旋转。

[0112] 喷嘴40设置成贯穿于安装在处理容器10上的盖部13,供给口位于处理容器10内。因而,形成能向处理容器10内喷雾溶剂的结构。由于从喷嘴40喷雾溶剂,在喷嘴40附近产生下降气流。

[0113] 这里,说明前述的转动造粒装置100的操作,也就是使用转动造粒装置100的造粒粉末的制造方法。使用转动造粒装置100的造粒粉末的制造方法是本发明的造粒粉末的制造方法的一例,但不用说本发明的造粒粉末的制造方法并不限于此。

[0114] 接下来,说明使用上述转动造粒装置100来制造造粒粉末的方法。

[0115] 造粒粉末的制造方法包括:通过边供给有机粘合剂的溶液(粘合剂溶液)边使金属粉末转动和/或流动来造粒金属粉末从而得到二次粒子的第一工序,以及通过向二次粒子供给低水溶性材料的溶液来形成被覆层的第二工序。

[0116] [1]首先,向上述那样的转动造粒装置100的处理容器10内部投入金属粉末。然后,通过用桨叶20搅拌来使金属粉末转动和/或流动。同时,从喷嘴40喷雾粘合剂溶液。雾状的粘合剂溶液使金属粉末润湿的同时粘合各金属粉末的粒子。结果,金属粉末被造粒从而得到造粒粉末80。该造粒粉末80随着桨叶20的旋转渐渐地向处理容器10的外周侧(侧壁部12侧)移动(转动),同时被旋转翼21弹起。弹起的造粒粉末80从处理容器10的中央部侧下降,再次被桨叶20转动。当反复地进行这样的一连串过程时,发生了整形,从而形成接近正球形

的造粒粉末80。并且,在这样的造粒过程中,造粒中的粒子与旋转中的十字螺刀30接触,则粒径大的粒子(造粒的进行程度大的粒子)被打碎。因而,抑制了过度的造粒,造粒粉末的粒度分布被控制在狭窄的范围内。

[0117] 此外,粘合剂溶液也可用预先放入处理容器10内等各种方法来供给,但优选如图3(a)所示从上方喷雾。因而,由于向被桨叶20弹起的造粒粉末80均匀地供给了不多不少的粘合剂溶液,实现了造粒粉末80的形状或尺寸的均匀化。特别地,在造粒粉末80浮在空中时,通过与粘合剂溶液的接触,造粒粉末80的粒子的整个表面被均匀地润湿,上述均匀化变得更显著。结果,得到粒度分布一致的造粒粉末80。

[0118] 作为粘合剂溶液中使用的溶剂,例如可举出水、二硫化碳和四氯化碳等无机溶剂;甲基乙基酮(MEK)、丙酮、二乙基酮、甲基异丁基酮(MIBK)、甲基异丙基酮(MIPK)、环己酮、3-庚酮和4-庚酮等酮系溶剂;甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、正丁醇、异丁醇、叔丁醇、3-甲基-1-丁醇、1-戊醇、2-戊醇、正己醇、环正己醇、1-庚醇、1-辛醇、2-辛醇、2-甲氧基乙醇、烯丙醇、糠醇和苯酚等醇系溶剂;二乙醚、二丙醚、二异丙醚、二丁醚、1,2-二甲氧基乙烷(DME)、1,4-二恶烷、四氢呋喃(THF)、四氢吡喃(THP)、苯甲醚、二乙二醇二甲醚(diglyme)和2-甲氧基乙醇等醚系溶剂,甲基溶纤剂、乙基溶纤剂和苯基溶纤剂等溶纤剂系溶剂;己烷、戊烷、庚烷、环己烷、甲基环己烷、辛烷、癸烷(•••••)、甲基环己烯和异戊二烯等脂肪族烃系溶剂,甲苯、二甲苯、苯、乙基苯和萘等芳香族烃系溶剂;吡啶、吡嗪、呋喃、吡咯、噻吩、2-甲基吡啶、3-甲基吡啶、4-甲基吡啶和糠醇等芳香族杂环化合物系溶剂;N,N-二甲基甲酰胺(DMF)、N,N-二甲基乙酰胺(DMA)等酰胺系溶剂;二氯甲烷、氯仿、1,2-二氯乙烷、三氯乙烯和氯苯等卤化合物系溶剂;乙酰丙酮、乙酸乙酯、乙酸甲酯、乙酸异丙酯、乙酸异丁酯、乙酸异戊酯、氯乙酸乙酯、氯乙酸丁酯、氯乙酸异丁酯、甲酸乙酯、甲酸异丁酯、丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸甲酯和安息香酸乙酯等酯系溶剂;三甲胺、己胺、三乙胺和苯胺等胺系溶剂;丙烯腈和乙酰腈等腈系溶剂;硝基甲烷和硝基乙烷等硝基系溶剂;以及乙醛、丙醛、丁醛、戊醛和丙烯醛等醛系溶剂等有机溶剂等。也可以从其中选择一种或两种以上混合使用。

[0119] 这里,桨叶20每单位时间的转数(以下简单地称为“转数”)只要能确保最低限的造粒粉末80的转动,就无特别限制,例如优选50rpm以上500rpm以下左右,更优选为100rpm以上300rpm以下左右。桨叶20的转数为上述范围内的值的话,可使造粒粉末80高效地转动,从而高效地进行造粒。

[0120] 与此相对,如果桨叶20的转数不足上述下限值,造粒粉末80的转动或弹起不充分,可能成为造粒不均的原因。并且,可能形成非球状的流动性不好的不规则形状造粒粉末80。另一方面,桨叶20的转数超过上述上限值时,桨叶20导致造粒粒子碎裂变多,可能使未进行造粒的粉末增多。

[0121] 并且,造粒时十字螺刀30的每单位时间的转数无特别限定,优选例如50rpm以上3500rpm以下左右,更优选100rpm以上3000rpm以下左右。这样,在防止过度的碎裂的同时打碎粒径大的粒子,从而可实现粒径的均匀化。

[0122] 并且,粘合剂溶液的供给速度无特别限定,例如优选为20g/分钟以上1000g/分钟以下,更优选30g/分钟以上800g/分钟以下,进一步优选50g/分钟以上600g/分钟以下。粘合剂溶液的供给速度为上述范围内的值时,可使粘合剂溶液引起的金属粉末的结合(造粒)均匀地进行,同时使得到的造粒粉末的粒度分布更尖锐。

[0123] 与此相对,粘合剂溶液的供给速度不足上述下限值时,可能成为造粒不均的原因。另一方面,粘合剂溶液的供给速度超过上述上限值时,造粒可能会过度地进行。结果,得到的造粒粉末的粒度分布会变广。

[0124] 此外,粘合剂溶液中的有机粘合剂的浓度优选为以重量计0.5%以上20%以下,更优选为以重量计1%以上15%以下,进一步优选为以重量计2%以上13%以下。

[0125] 此外,造粒的处理时间(搅拌时间)无特别限定,优选为1分钟以上90分钟以下,更优选为2分钟以上85分钟以下,进一步优选为3分钟以上80分钟以下。这样,可抑制未造粒的金属粉末的残留,从而使得到的造粒粉末的粒度分布足够尖锐。与此相对,如果造粒的处理时间不足上述下限值时,则可能残留比较多的小粒径粉末(未造粒的金属粉末等)。另一方面,造粒的处理时间超过上述上限值时,溶剂直接附着在粒径比较大的粉末(不转动或不流动的粉末的固结)上,可能成为造粒不均的原因。

[0126] 并且,也可根据需要对造粒粉末喷雾(供给)可溶解有机粘合剂的溶剂。因而,可实现造粒粉末的形状或尺寸进一步均匀化。

[0127] 此外,最终以充分干燥的状态得到造粒粉末80。

[0128] 按以上那样可得到用有机粘合剂粘合多个金属粒子而成的二次粒子(第一工序)。

[0129] 此外,上述说明了使用转动造粒装置100制造二次粒子的方法(转动造粒法),但二次粒子的制造方法不限于上述的方法,例如可通过流动层造粒法、转动流动造粒法和喷雾干燥法等制造。

[0130] 并且,对于得到的二次粒子,通过根据需要施加振动处理、碎裂处理等去除二次粒子表面的有机粘合剂的一部分,从而可露出金属粒子。这样,如前所述,可提高二次粒子与外侧被覆层6的粘合性。

[0131] 此外,不采用上述处理,也可通过减少有机粘合剂的添加量来露出金属粒子。

[0132] [2]接着,将得到的二次粒子加入容器内,从上面供给低水溶性材料的溶液(第二工序)。这样,在二次粒子的表面上形成低水溶性材料的液状被膜,通过使其干燥来形成外侧被覆层6。

[0133] 该供给方法无特别限定,例如可举出对溶液进行喷雾的方法、将二次粒子浸入溶液中的方法等。其中,优选对溶液进行喷雾的方法。采用该方法可抑制溶液的使用量,同时能高效地供给低水溶性材料的溶液以覆盖各二次粒子表面。

[0134] 并且,喷雾低水溶性材料的溶液时,也可以使用上述的转动造粒装置100。

[0135] 也就是说,使用转动造粒装置100制造二次粒子后,接着将喷雾的溶液从有机粘合剂的溶液改为低水溶性材料的溶液,并使转动造粒装置100运作。结果,不用另外准备容器等也能高效地进行本工序。

[0136] 并且,由于通过喷雾低水溶性材料的溶液能渐渐地向二次粒子供给该溶液,与一次性供给大量的溶液的情况相比,可抑制二次粒子的崩解。此外,由于可以不浪费地供给低水溶性材料的溶液,供给量的控制变得容易起来。

[0137] 而且,由于通过转动和/或流动的作用使二次粒子旋转,二次粒子的表面与低水溶性材料的溶液的接触机会变多。结果,可在短时间内高效地形成外侧被覆层6。

[0138] 这里,作为低水溶性材料的溶液所使用的的溶剂,虽然优选使用前述的粘合剂溶液所所用的各种溶剂,但优选使用难以溶解上述有机粘合剂的溶剂。例如,在有机粘合剂是

由水溶性材料构成的情况下,作为本工序中低水溶性材料的溶液中包含的溶剂,优选使用油性溶剂。相反地,在有机粘合剂由油性材料构成的情况下,本工序中优选使用水溶性溶剂。

[0139] 溶液中的低水溶性材料的浓度优选为以重量计0.5%以上20%以下,更优选以重量计1%以上15%以下,进一步优选以重量计2%以上10%以下。这样,得到均匀厚度的外侧被覆层6。

[0140] 如上那样得到本发明的造粒粉末。

[0141] 并且,本发明的造粒粉末的用途无特别限定,适合用于例如包括该造粒粉末的成形体的制造中,特别适合用于通过烧结包括该造粒粉末的成形体得到烧结体的制造中。

[0142] (烧结体的制造方法)

[0143] 以下说明烧结体的制造方法的一例。

[0144] <成形>

[0145] 首先,使用上述那样的本发明的造粒粉末,通过压力成形机成形从而制造期望的形状、尺寸的成形体。本发明的造粒粉末自身是致密且填充性高的。因此,可制造出高密度的成形体并最终得到高密度且收缩率小的烧结体。

[0146] 此外,制造的成形体的形状尺寸通过计入以后的脱脂以及烧结引起的收缩量来确定。并且,成形法不限于压力成形,也可以是压缩成形、射出成形等。

[0147] <脱脂处理>

[0148] 对用前述的成形工序得到的成形体实施脱脂处理(脱粘合剂处理)从而得到脱脂体。作为该脱脂处理无特别限定,通过非氧化性氛围例如真空或减压状态下(例如 $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr)或者氮气、氩气、氢气、氨分解气等气体中进行热处理来实现。在此情况下,热处理的条件随有机粘合剂的分解开始温度等而有些许不同,优选在温度10(°)℃以上750℃以下左右时设为0.5小时以上40小时以下左右,更优选在温度150℃以上700℃以下左右时设为1小时以上24小时以下左右。

[0149] 并且,为了达到各种目的(例如缩短脱脂时间等目的),采用这样的热处理脱脂可分为多个工序(阶段)来进行。在此情况下,例如可举出在低温下对前半脱脂、在高温下对后半脱脂等方法或反复进行低温与高温的方法等。

[0150] 此外,有机粘合剂通过脱脂处理不完全去除也可,例如也可以在脱脂处理完成的时刻残留一部分。

[0151] <烧制>

[0152] 在烧制炉中烧制前述的脱脂处理工序中得到的脱脂体从而使其烧结,得到想要的烧结体。通过该烧制,形成造粒粉末的金属粉末扩散、粒生长,整体地形成致密即高密度的、低空孔率的烧结体。

[0153] 烧制时的烧制温度随造粒粉末的组成等而稍有不同,例如,在使用Fe基合金粉末的情况下,优选900℃以上但不足1200℃,更优选1000℃以上1180℃以下。烧制温度在上述范围内的话,可使用不具有特殊的耐热构造的、比较廉价但烧结体的批量生产性良好的烧制炉来高效地制造烧结体。此外,烧制温度不足上述下限值时,金属粉末的烧结未充分地进行,最终得到的烧结体的空孔率变大,可能无法得到充分的机械强度。另一方面,烧制温度超过上述上限值时,由于有必要使用具有特殊的耐热构造的烧制炉,降低了烧制的容易性。

[0154] 烧制中的最高温度保持时间优选为0.5小时以上8小时以下左右,更优选为0.75小时以上5小时以下左右。

[0155] 特别的,通过使用聚乙烯醇或聚乙烯吡咯烷酮这样的粘合性大且热分解性高的材料作为有机粘合剂,可抑制有机粘合剂的使用量且缩小金属粒子的粒子间距离,从而可降低烧制开始温度。结果,即使以比较低的温度在短时间内烧制也能得到致密的烧结体。

[0156] 并且,烧制氛围无特别限定,优选在减压(真空)下或非氧化性氛围中。这样可防止因金属的氧化引起的特性劣化。优选的烧制氛围是1Torr以下(更优选 1×10^{-2} Torr以上 1×10^{-6} Torr以下)的减压(真空)氛围或1Torr以上760Torr以下的氮气、氩气等惰性气体氛围或1Torr以上760Torr以下的氢气氛围。

[0157] 此外,烧制氛围也可在烧制的过程中变化。例如,可以最初在 1×10^{-2} Torr以上 1×10^{-6} Torr以下的减压(真空)下,中途切换到上述的惰性气体氛围中。

[0158] 并且,烧制可以分两阶段或以上来进行。例如,进行烧制条件不同的一次烧制与二次烧制,二次烧制的烧制温度可以是比一次烧制的烧制温度高的温度。

[0159] 此外,上述那样得到的烧结体可以用于任何目的,作为其用途例如有各种机械部件等。

[0160] 以上那样得到的烧结体的相对密度随其用途等而不同,例如期望超过93%,优选在94%以上。这样的烧结体的机械的特性会变得特别好。并且,通过使用本发明的造粒粉末,即使用低温烧制,也能高效地制造出相关机械特性良好的烧结体。

[0161] 以上,基于合适的实施方式说明了本发明,但本发明并不限于此。

[0162] 例如,在造粒粉末的制造方法中,可根据需要增加任意的工序。并且,本发明的造粒粉末的制造方法中使用的装置不限于前述的实施方式装置。例如,在上述实施方式中使用转动造粒装置进行了说明,但也可使用通过流动作用进行造粒的流动层造粒装置、通过转动流动作用进行造粒的转动流动造粒装置和喷雾干燥的喷雾干燥装置等。

[0163] [实施例]

[0164] 造粒粉末的制造

[0165] (实施例1A)

[0166] <1>首先,作为原料粉末,准备通过水雾化法制造的平均粒径 $6\mu\text{m}$ 的不锈钢粉末(EPSON ATMIX(株)制,SUS-316L,真密度 $7.98\text{g}/\text{cm}^3$)。

[0167] <2>另一方面,作为有机粘合剂,准备聚乙烯醇(kuraray株式会社制,RS-1717)。并且,作为溶剂准备离子交换水。此外,溶剂的添加量为每1g有机粘合剂用50g。

[0168] 接着,将聚乙烯醇混合到离子交换水中,并冷却至室温,从而配置了有机粘合剂溶液。此外,相对于金属粉末100重量份,聚乙烯醇的添加量为0.8重量份的量。并且,聚乙烯醇的皂化度为93,聚合度为1700。

[0169] <3>接着,向转动造粒装置((株)Powrec制,VG-25)的处理容器内投入原料粉末。然后,从转动造粒装置的喷嘴喷雾有机粘合剂溶液,同时按以下的条件使原料粉末转动。由此得到平均粒径 $75\mu\text{m}$ 的二次粒子。

[0170] <转动条件>

[0171] • 桨 • 桨叶转数:200rpm

[0172] • 十 • 十字螺刀转数:2500rpm

[0173] • 粘 • 粘合剂溶液的供给速度:200g/分钟

[0174] • 造 • 造粒时间:90分钟

[0175] <4>接着,将作为低水溶性材料的烷基胺衍生物(乙酸盐)溶解到甲苯中,从而调制低水溶性材料的溶液。此时,相对于金属粉末100重量份,烷基胺衍生物的添加量为0.3重量份的量。

[0176] 接着,从转动造粒装置的喷嘴喷雾低水溶性材料的溶液,同时使二次粒子转动。由此在二次粒子的表面形成外侧被覆层并得到造粒粉末。

[0177] (实施例2A~8A)

[0178] 除了有机粘合剂的添加量或低水溶性材料及其添加量变为表1那样外,分别与实施例1A同样地得到造粒粉末。

[0179] (实施例9A)

[0180] 在制作二次粒子之前,向原料粉末喷雾低水溶性材料的溶液并使其干燥。这样,形成了覆盖原料粉末的表面的内侧被覆层。以下,使用形成了内侧被覆层的原料粉末,与实施例1A同样地得到造粒粉末。

[0181] (实施例10A)

[0182] 在制作二次粒子之前,向原料粉末喷雾低水溶性材料的溶液并使其干燥。这样,形成了覆盖原料粉末的表面的内侧被覆层。以下,使用形成了内侧被覆层的原料粉末,与实施例4A同样地得到造粒粉末。

[0183] (实施例11A~18A)

[0184] 除了将有机粘合剂改为聚乙烯吡咯烷酮(BASF公司制,PVP/K-90)以外,与实施例1A~8A同样地得到造粒粉末。此外,聚乙烯吡咯烷酮的重均分子量是360,000。

[0185] (实施例19A)

[0186] 在制作二次粒子之前,向原料粉末喷雾低水溶性材料的溶液并使其干燥。这样,形成了覆盖原料粉末的表面的内侧被覆层。以下,使用形成了内侧被覆层的原料粉末,与实施例11A同样地得到造粒粉末。

[0187] (实施例20A)

[0188] 在制作二次粒子之前,向原料粉末喷雾低水溶性材料的溶液并使其干燥。这样,形成了覆盖原料粉末的表面的内侧被覆层。以下,使用形成了内侧被覆层的原料粉末,与实施例14A同样地得到造粒粉末。

[0189] (比较例1A、2A)

[0190] 除了省略了外侧被覆层的形成外,与实施例1A、5A同样地得到造粒粉末。

[0191] (比较例3A、4A)

[0192] 除了省略了外侧被覆层的形成外,与实施例11A、15A同样地得到造粒粉末。

[0193] (实施例1B)

[0194] 除了作为原料粉末使用通过水雾化法制造的平均粒径6 μ m的2%Ni-Fe合金粉末(EPSON ATMIX(株)制,真密度7.827g/cm³)以外,与实施例1A同样地得到造粒粉末。

[0195] 此外、2%Ni-Fe的组成为:C:以质量计0.4%~0.6%、Si:以质量计0.35%以下、Mn:以质量计0.8%以下、P:以质量计0.03%以下、S:以质量计0.045%以下、Ni:以质量计1.5%~2.5%、Cr:以质量计0.2%以下、Fe:剩余部分。

[0196] 并且,在工序<4>中,相对于金属粉末100重量份,低水溶性材料的添加量为0.01重量份的量。

[0197] (实施例2B~8B)

[0198] 除了低水溶性材料的添加量改为表2那样的以外,分别与实施例1B同样地得到造粒粉末。

[0199] (实施例9B)

[0200] 除了作为原料粉末使用通过水雾化法制造的平均粒径 $6\mu\text{m}$ 的2%Ni-Fe合金粉末(EPSON ATMIX(株)制,真密度 $7.827\text{g}/\text{cm}^3$)以外,与实施例11A同样地得到造粒粉末。

[0201] 此外,2%Ni-Fe的组成为:C:以质量计0.4%~0.6%、Si:以质量计0.35%以下、Mn:以质量计0.8%以下、P:以质量计0.03%以下、S:以质量计0.045%以下、Ni:以质量计1.5%~2.5%、Cr:以质量计0.2%以下、Fe:剩余部分。

[0202] 并且,在工序<4>中,相对于金属粉末100重量份,低水溶性材料的添加量为0.01重量份的量。

[0203] (实施例10B~16B)

[0204] 除了低水溶性材料的添加量改为表1那样的以外,分别与实施例9B同样地得到造粒粉末。

[0205] (比较例1B)

[0206] 除了省略外侧被覆层的形成以外,与实施例1B同样地得到造粒粉末。

[0207] (比较例2B)

[0208] 除了省略外侧被覆层的形成以外,与实施例9B同样地得到造粒粉末。

[0209] 2.造粒粉末的评价

[0210] 2.1流动度的评价

[0211] 通过JIS Z 2502中规定的金属粉的流动性试验方法测定各实施例以及各比较例中得到的造粒粉末的流动度。

[0212] 2.2烧结密度的评价

[0213] 在以下所示的成形条件下对在各实施例和比较例中得到的造粒粉末进行成形。

[0214] <成形条件>

[0215] • • 成形方法:喷雾成形法

[0216] • • 成形形状:20mm角的立方体形状

[0217] • • 成形压力: 600MPa ($6\text{t}/\text{cm}^2$)

[0218] 接着,对得到的成形体按如下所示的脱脂条件脱脂。

[0219] <脱脂条件>

[0220] • • 脱脂温度: 600°C

[0221] • • 脱脂时间:1小时

[0222] • • 脱脂氛围:氮气氛

[0223] 接着,按如下所示的烧制条件烧制得到的脱脂体。由此得到烧结体。

[0224] <烧制条件>

[0225] • • 烧制温度: 1150°C

[0226] • • 烧制时间:3小时

[0227] • • 烧制氛围:减压Ar氛

[0228] • • 氛围压力:1.3kPa(10Torr)

[0229] 接着,通过基于阿基米德法(JIS Z 2501中规定)的方法测定得到的烧结体的密度。并且,从测定的烧结密度与金属粉末的真密度来计算出烧结体的相对密度。

[0230] 2.3尺寸精度的评价

[0231] 接着,用千分尺(micrometer)测定得到的烧结体的幅度尺寸。然后,基于JIS B 0411(金属烧结体的普通公差)中规定的“幅度的普通公差”,按照以下的评价标准来评价测定值。

[0232] 此外,烧结体的幅度是指与压力成形时的压缩方向正交的方向的尺寸。

[0233] <评价基准>

[0234] ◎:等级为精密级(公差在 $\pm 0.1\text{mm}$ 以下)

[0235] ○:等级为中等级(公差超过 $\pm 0.1\text{mm}$ 但在 $\pm 0.2\text{mm}$ 以下)

[0236] △:等级为普通级(公差超过 $\pm 0.2\text{mm}$ 但在 $\pm 0.5\text{mm}$ 以下)

[0237] ×:容许范围之外

[0238] 以上2.1~2.3的评价结果如表1、表2所示。

[0239] [1]

[0240]

	金属粉末	造粒粉末的制造条件						评价结果		
		有机粘合剂		内侧被覆层		外侧被覆层		造粒粉末的 流动性	相对密度	尺寸精度
				低水溶性材料		低水溶性材料				
	组成	组成	重量份	组成	重量份	组成	重量份	Sec/50g	%	-
实施例 1A	SUS-316L	PVA	0.8	-	-	烷基胺衍生物	0.30	32.1	96.5	◎
实施例 2A	SUS-316L	PVA	0.8	-	-	环烷基胺衍生物	0.30	32.5	96.1	○
实施例 3A	SUS-316L	PVA	0.8	-	-	烷醇胺衍生物	0.30	32.6	96.0	○
实施例 4A	SUS-316L	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.30	31.9	96.8	◎
实施例 5A	SUS-316L	PVA	3.0	-	-	烷基胺衍生物	0.30	-	95.2	○
实施例 6A	SUS-316L	PVA	3.0	-	-	环烷基胺衍生物	0.30	-	94.7	○
实施例 7A	SUS-316L	PVA	3.0	-	-	烷醇胺衍生物	0.30	-	94.5	○
实施例 8A	SUS-316L	PVA	3.0	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.30	-	95.6	○
实施例 9A	SUS-316L	PVA	0.8	烷基胺衍生物	0.30	烷基胺衍生物	0.30	-	97.9	◎
实施例 10A	SUS-316L	PVA	0.8	聚丙烯酸甲酯	0.30	聚丙烯酸甲酯	0.30	-	98.1	◎
实施例 11A	SUS-316L	PVA	0.8	-	-	烷基胺衍生物	0.30	30.2	96.0	◎
实施例 12A	SUS-316L	PVA	0.8	-	-	环烷基胺衍生物	0.30	30.8	95.6	○
实施例 13A	SUS-316L	PVA	0.8	-	-	烷醇胺衍生物	0.30	31.2	95.4	○
实施例 14A	SUS-316L	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.30	30.1	96.4	◎
实施例 15A	SUS-316L	PVA	3.0	-	-	烷基胺衍生物	0.30	-	94.6	○
实施例 16A	SUS-316L	PVA	3.0	-	-	环烷基胺衍生物	0.30	-	94.1	○
实施例 17A	SUS-316L	PVA	3.0	-	-	烷醇胺衍生物	0.30	-	94.0	○
实施例 18A	SUS-316L	PVA	3.0	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.30	-	95.0	○
实施例 19A	SUS-316L	PVA	0.8	烷基胺衍生物	0.30	烷基胺衍生物	0.30	-	97.3	◎
实施例 20A	SUS-316L	PVA	0.8	聚丙烯酸甲酯	0.30	聚丙烯酸甲酯	0.30	-	97.7	◎
比较例 1A	SUS-316L	PVA	0.8	-	-	-	-	35.4	93.1	△
比较例 2A	SUS-316L	PVA	3.0	-	-	-	-	-	88.8	×
比较例 3A	SUS-316L	PVA	0.8	-	-	-	-	33.9	92.6	△
比较例 4A	SUS-316L	PVA	3.0	-	-	-	-	-	87.5	×

[0241] 从表1可知各实施例中得到的造粒粉末能制造出流动性高、高密度的烧结体。特别地,将烷基胺系材料或丙烯酸系树脂用作低水溶性材料的情况下,该倾向比较显著。

[0242] [2]

[0243]

	金属粉末	造粒粉末的制造条件						评价结果		
		有机粘合剂		内侧被覆层		外侧被覆层		造粒粉末的 流动度	相对密度	尺寸精度
				低水溶性材料		低水溶性材料				
	组成	组成	重量份	组成	重量份	组成	重量份	Sec/50g	%	-
实施例 1B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.01	34.2	95.7	◎
实施例 2B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.05	33.6	95.7	◎
实施例 3B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.10	33.0	95.4	◎
实施例 4B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.20	32.4	94.7	○
实施例 5B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.30	31.9	94.0	○
实施例 6B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.50	33.2	93.9	○
实施例 7B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.80	33.8	95.7	◎
实施例 8B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	1.00	34.1	95.6	◎
实施例 9B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.01	32.7	95.2	◎
实施例 10B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.05	32.1	96.3	◎
实施例 11B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.10	31.6	96.1	◎
实施例 12B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.20	31.0	95.8	◎
实施例 13B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.30	30.5	95.8	◎
实施例 14B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.50	31.8	95.8	◎
实施例 15B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	0.80	32.4	95.8	◎
实施例 16B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	聚丙烯酸甲酯	1.00	32.7	97.7	◎
比较例 1B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	-	-	34.7	94.5	△
比较例 2B	2%Ni-Fe	PVA	0.8	-	-	-	-	33.2	93.4	△

[0244] 从表2可知,通过最优化低水溶性材料的添加量,各实施例中得到的造粒粉末可特别地提高其流动性,从而可实现烧结体的进一步高密度化。并且,与此同时,可看到尺寸精度的提高。

[0245] 图4是对于将聚乙烯醇用作有机粘合剂的情况下的造粒粉末,以低水溶性材料的添加量为横轴、以造粒粉末的流动度为纵轴来示出各实施例1B~8B以及比较例1B中得到的造粒粉末的分布的图。此外,图中各实施例用涂黑的方形表示,比较例1B用白色的方形表示。

[0246] 从图4可知,在低水溶性材料的添加量相对于金属粉末100重量份为0.02重量份以上0.8重量份以下时,造粒粉末的流动度变得特别高(流下所要的时间变短)。并且,在此情况下,烧结体的相对密度变高,从而制造出高密度的烧结体。

[0247] 另一方面,图5是对于将聚乙烯吡咯烷酮用作有机粘合剂的情况下的造粒粉末,以低水溶性材料的添加量为横轴、以造粒粉末的流动度为纵轴来示出各实施例9B~16B以及比较例2B中得到的造粒粉末的分布的图。此外,图中各实施例用涂黑的方形来表示,比较例2B用白色的方形来表示。

[0248] 从图5可知,与图4相同,在低水溶性材料的添加量相对于金属粉末100重量份为0.02重量份以上0.8重量份以下时,造粒粉末的流动度变得特别高(流下所要的时间变短)。并且,在此情况下,烧结体的相对密度变高,从而制造出高密度的烧结体。

[0249] 此外,对于比较例1B中得到的造粒粉末,进行将烧制温度从1150℃变为1250℃并得到烧结体的补充试验。得到的烧结体的相对密度超过97%,可改善为与使用各实施例中得到的造粒粉末而得到的烧结体的烧结密度相同。由此可知,通过使用本发明的造粒粉末,即使在更低温度下烧制,也能制造出与使用现有的造粒粉末来进行高温烧制的情况相同的烧结体。因而,可使用通用性高的廉价的烧制炉在更短的时间内烧制,有望实现烧制的低成本。

化以及高效化。

[0250] 符号说明

[0251] 1造粒粒子

[0252] 51金属粒子

[0253] 511芯部

[0254] 52有机粘合剂

[0255] 100转动造粒装置

[0256] 11底部

[0257] 12侧壁部

[0258] 130贯通孔

[0259] 21旋转翼

[0260] 23基部

[0261] 31旋转驱动轴

[0262] 80造粒粉末。

5二次粒子

510露出部分

512内侧被覆层

6外侧被覆层

10处理容器

110贯通孔

13盖部

20桨叶

22旋转驱动轴

30十字螺刀

40喷嘴

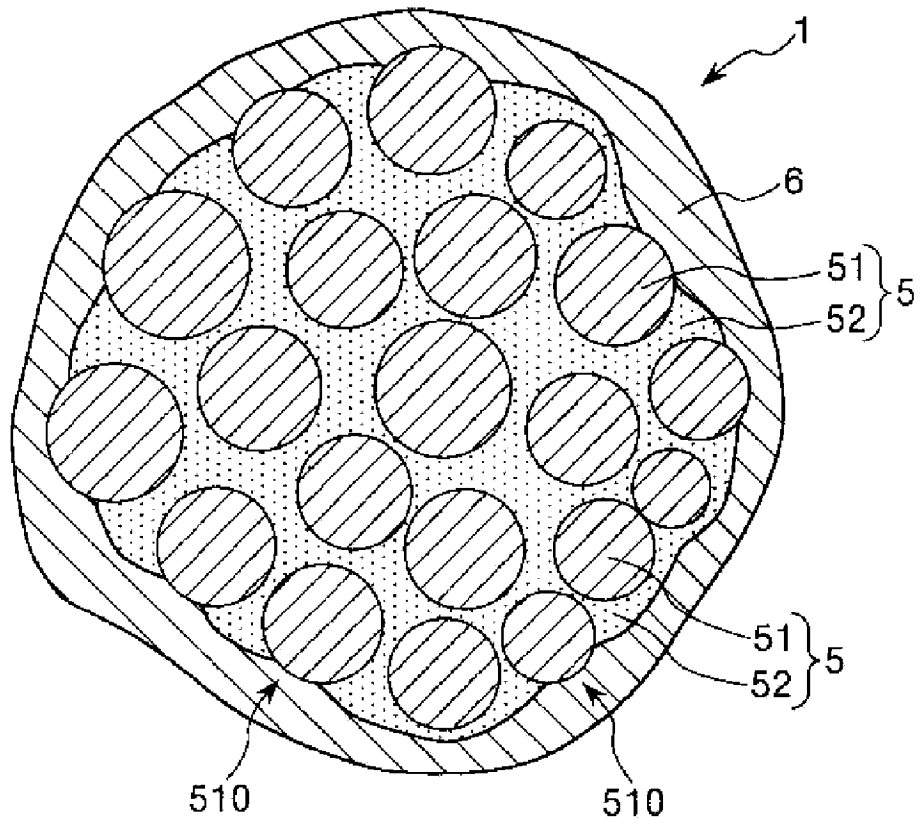


图1

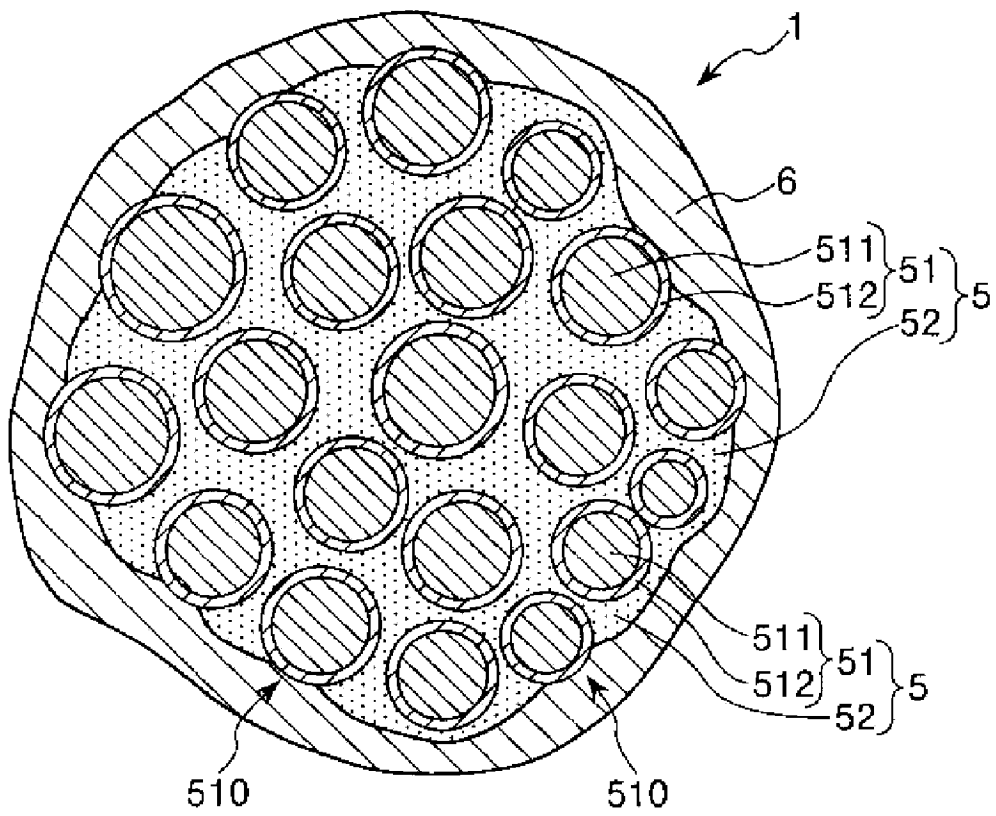


图2

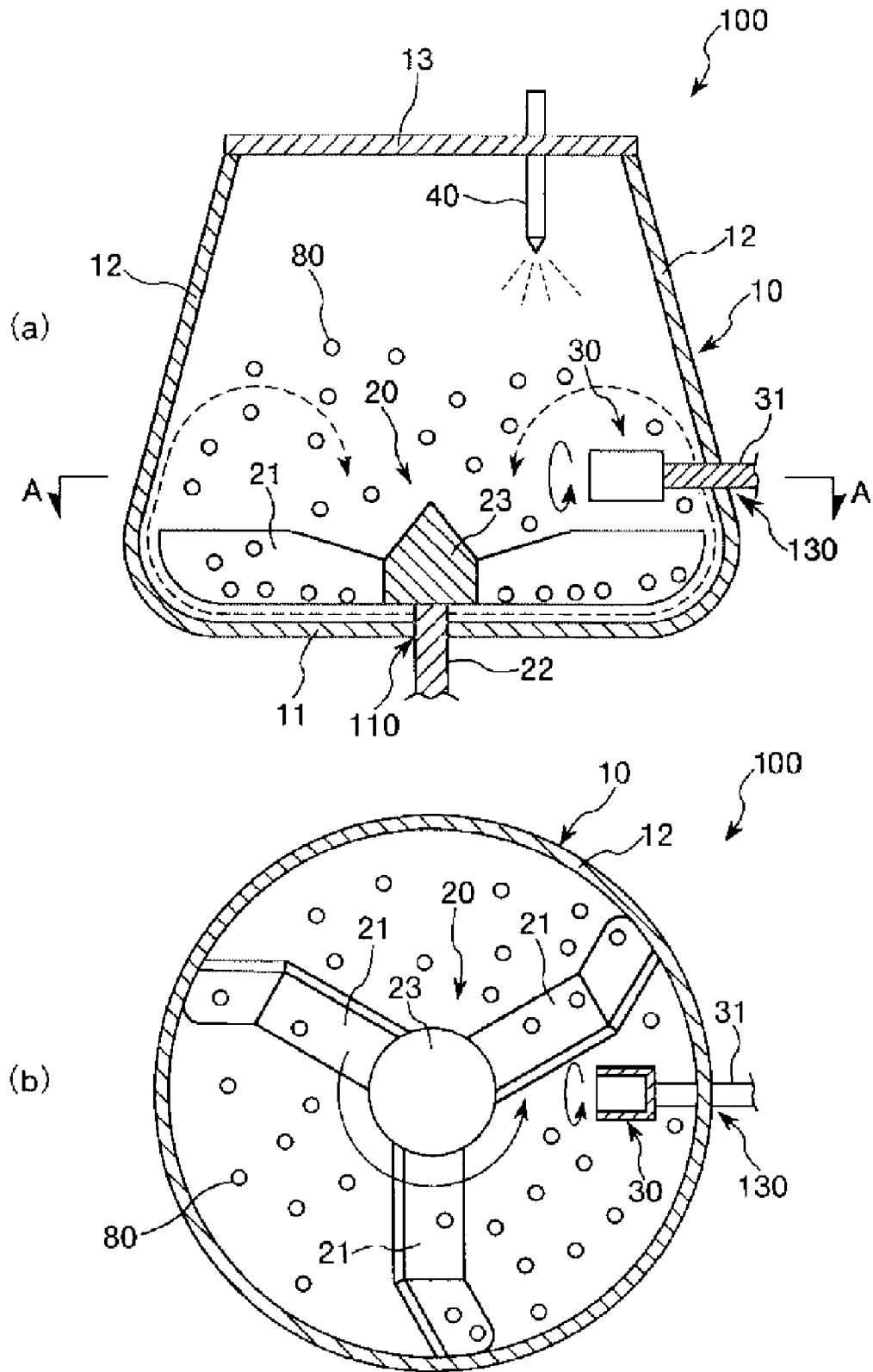


图3

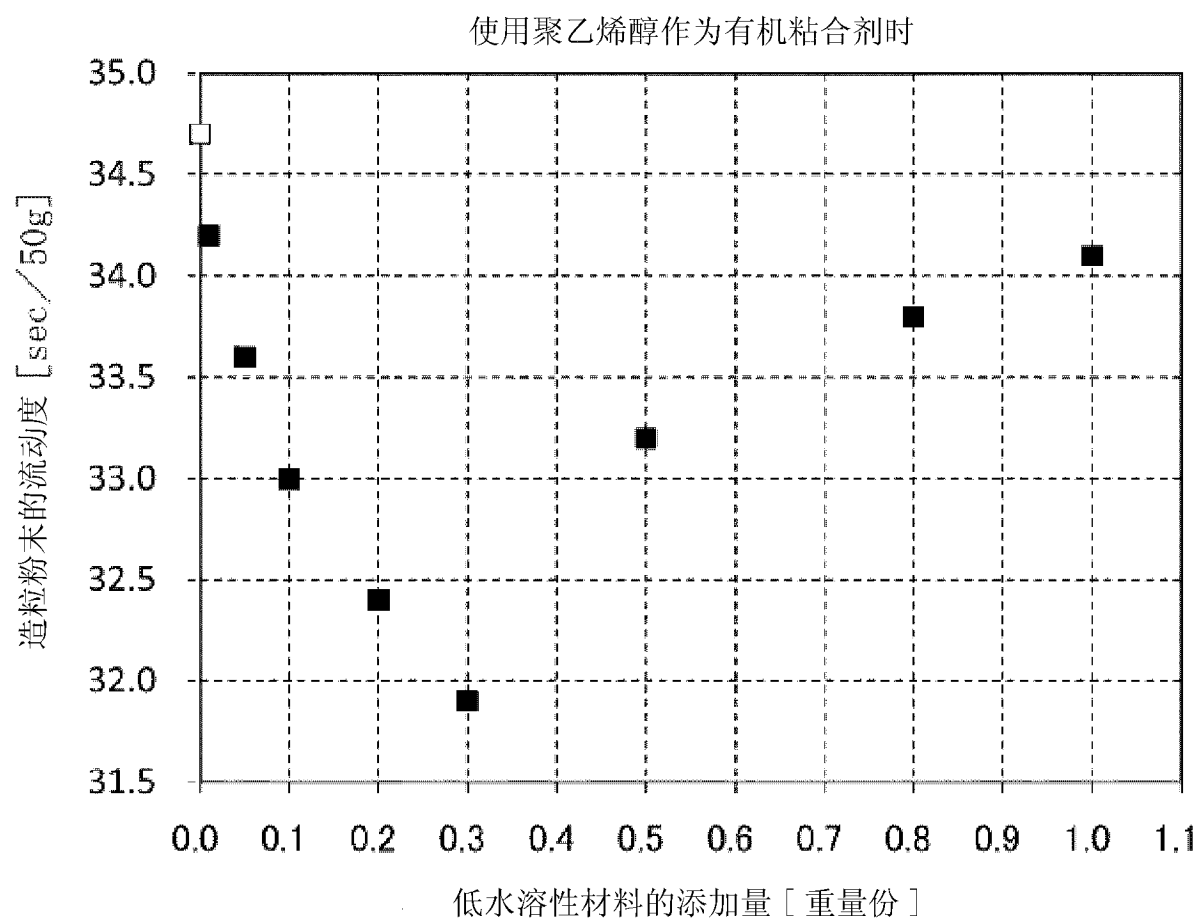


图4

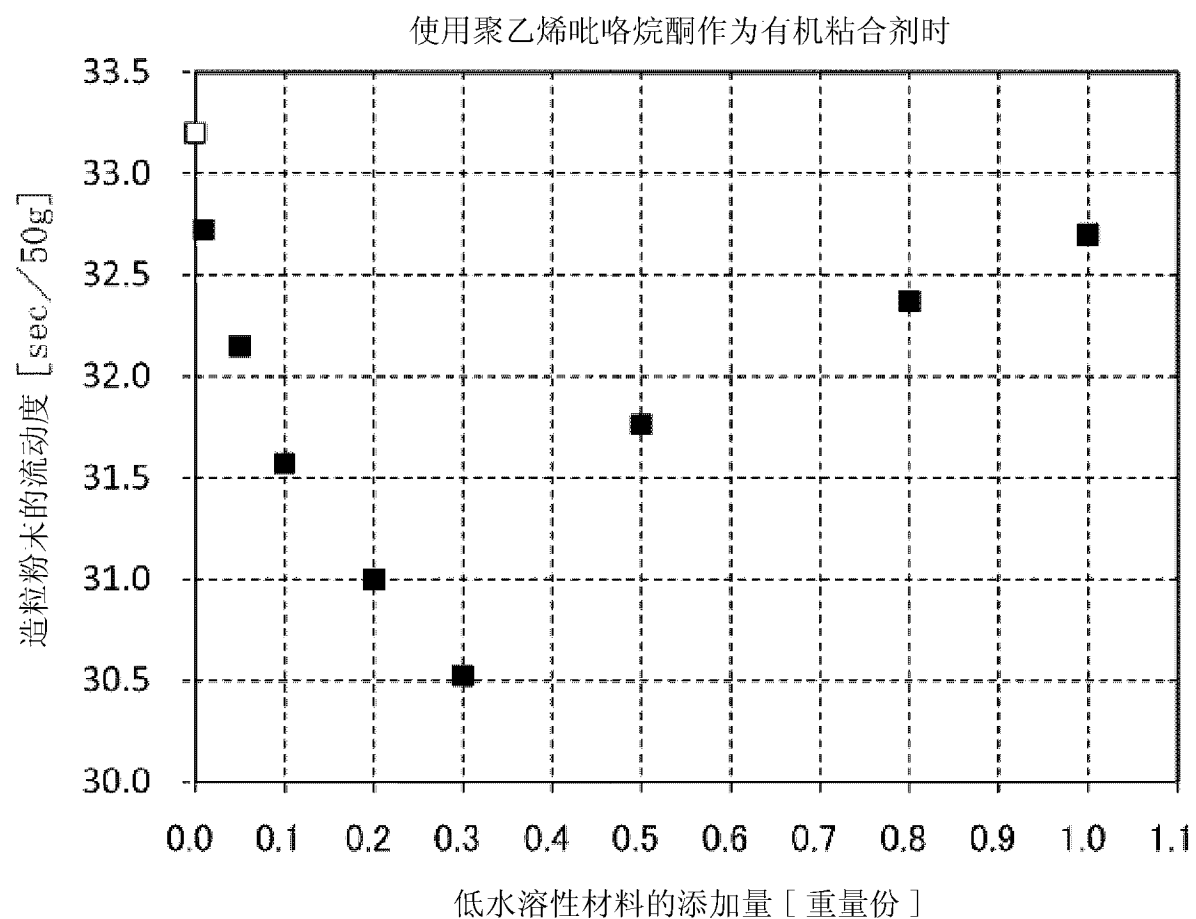


图5