

History and Progress of KIP® Iron and Steel Powders



小倉 邦明
Kuniaki Ogura
鉄粉営業部 主査(部長補)

要旨

川崎製鉄は、1966年に日本で初めて還元鉄粉の一貫製造を始めて以来、還元鉄粉とアトマイズ鉄粉を製造する日本で唯一の総合鉄粉メーカーである。本報では、これらの鉄粉の製造方法とその用途の動向について述べた。純鉄粉に加えて合金鋼粉や偏析防止粉のKIP クリーンミックス®粉を開発し、販売している。合金鋼粉は、合金成分を完全合金化あるいは部分合金化することにより、鉄系粉末冶金の主な用途である自動車焼結部品の高強度化要求に応えるものである。KIP クリーンミックス粉は添加成分粉末を偏析防止処理することにより、成形・焼結作業環境を改善するとともに、焼結部品の強度や寸法を安定化するものである。環境保全やリサイクルに対応する用途として、電気機器ノイズの除去フィルター用の電磁用鉄粉や廃液中の有用金属回収のための化学反応原料鉄粉も販売している。1998年にはISO 9001、14001認定を取得し、優れた品質の鉄粉を安定供給する体制を整えている。

Synopsis:

Kawasaki Steel started the integrated production of reduced iron powder in 1966, and has been the only iron and steel powder manufacturer in Japan to produce both reduced iron powders and atomized iron and steel powders since 1978. The manufacturing technologies and the application trends of these iron and steel powders are described in the present paper. In addition to the pure iron and steel powders, segregation-free products named KIP CLEANMIX® powder were developed and have been in the product line-up. The steel powders are pre-alloyed or partially alloyed for high strength enough to meet the requirements for automotive sintered parts which are the major application of iron and steel powders. KIP CLEANMIX powders are prevented from flying about and segregation of carbon and/or fine metal powder, to improve working environment at pressing and to upgrade strength and dimensional precision of sintered products. The applications have increasingly been expanding their markets in such fields as iron powders are used for noise suppresser materials in electric and electronic equipment, and also for chemical raw materials to recover metals of value in the process effluent. ISO9001 and 14001 certifications have been granted for the iron powder production and products at Kawasaki Steel since 1998, and iron and steel powders of excellent qualities are expected to be steadily supplied in the market.

1 はじめに

川崎製鉄は、1966年に日本で初めて還元鉄粉の一貫製造設備を千葉製鉄所内に設置し、KIP®鉄粉として製造および販売を開始した。品質の優れた鉄粉の製造と製造技術の開発、設備の建設、増設および種々の用途に合わせた鉄粉の開発を行ってきた。1978年にはアトマイズ鉄粉製造設備を建設し、還元鉄粉とアトマイズ鉄粉両方を製造販売する日本で唯一の、世界でも3社しかない鉄粉総合メーカーとなった。鉄粉小特集号の発行にあたり、KIP鉄粉製造技術の歴史と最近の進歩および最近の鉄粉の製造法および製品とその用

途の動向を交えて紹介する。

2 鉄粉の製造法、種類および用途の概要

鉄粉とは一般に粒子の直径が1mm以下の鉄粒子の集合体である。主として粉末冶金法を利用した焼結部品用として使われてきたため、市販されている鉄粉のほとんどは平均粒径70~80μmで、粒子径が20~200μmの幅を持つ。当社も主にこの焼結部品用の鉄粉を製造販売している。以下に鉄粉の製造法、種類、用途について紹介する

2.1 製造法

金属粉にはTable 1に示すように種々の製造法がある。代表的な

*平成11年5月19日原稿受付

Table 1 Metal powder production process and its application

Chemical processes	
Reduction of oxides	W, Mo, Fe, Ni, Co
Reduction of metallic compound aq.	Cu, Ni, Composite powders
Thermal decomposition of gas	Fe, Ni
Electrolysis	Cu, Ag, Fe, Ta, U
Mechanical and physical processes	
Pulverizing	Hard material as carbide
Atomizing	Metal, and metal alloy etc.

Reduced iron powder
(KIP 255 M)Atomized iron powder
(KIP 300 A)

Photo 1 Cross-sectional microstructures of iron powders (optical microscopy)

製造法としては機械的粉砕法、還元法、電解法、および噴霧法（アトマイズ法）などがある。現在工業的に市販されている鉄粉は、ほとんど還元法とアトマイズ法で製造されている。Photo 1 に示す鉄粉の断面組織から、還元鉄粉は多孔質でアトマイズ鉄粉は稠実であることが分かる。

2.2 種類

純鉄粉と合金鋼粉がある。純鉄粉は還元鉄粉とアトマイズ鉄粉、合金鋼粉は完全合金化粉と部分合金化粉とに分類される。この他に、お客様がそのまま使えるように、鉄粉製造メーカーで鉄粉に潤滑剤、黒鉛粉や銅粉を添加混合したプレミックス粉がある。

2.3 用途

粉末冶金法を利用した焼結部品用が最も多い。その他の用途に、手や身体の一部を温めるカイロ用、密閉した容器内の酸素と反応し食品の鮮度保持に使われる脱酸素剤用、化学反応用、磁性材用、複写機のキャリアー用、摩擦材用、溶接材料用、粉末切断用などがある。Fig. 1 に当社 KIP 鉄粉の用途別需要比率を示す。焼結部品以外の用途には、ほとんどの場合純鉄粉が用いられる。

3 鉄粉の需要量

日本、ヨーロッパおよび世界第一位の鉄粉の使用国である米国における需要量の推移を Fig. 2 に示す¹⁾。日本の需要は工業会の統計が採られるようになった 1972 年度に比べ現在約 4 倍となっている。しかし 1990 年以後需要量が停滞している。これは焼結部品の最大の用途である自動車の生産台数の伸びが鈍化したことに加えて、自動車メーカーの海外進出に合わせて焼結メーカーも海外進出を進めたためと考えられる。一方、米国は 1990 年頃まで需要量が停滞していたが、その後急激な増加を示している。これは、日本と反対に自動車の生産台数が増えたことに加えて、新規部品採用によるものと考えられている。すなわち、焼結鍛造法を使用したコネクティングロッドや、新設計によるクランクシャフト用のベアリングキャッ

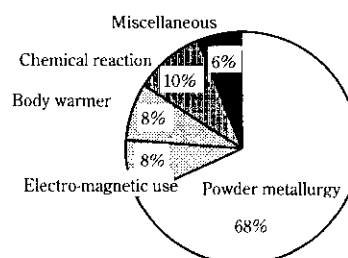


Fig. 1 Applications of KIP iron powders

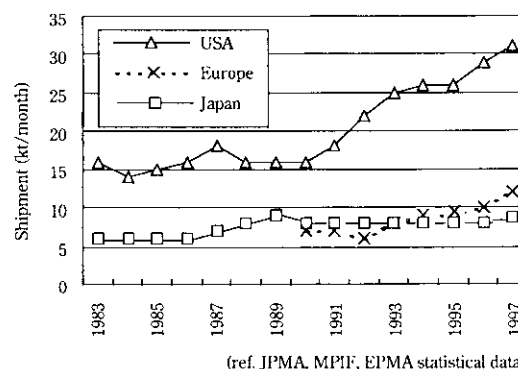


Fig. 2 Trend of iron powder shipment for powder metallurgy

プの全面採用などによるものである。日本の自動車一台当たりの鉄粉の使用量は約 6.5 Kg で、米国の約 14.6 Kg に比べて半分以下である。

4 製造法

4.1 還元鉄粉

酸化鉄などの粉末を高温で還元する方法で大量に生産されている。これには良質の鉄鉱石を還元する方法と、鋼材の圧延工程で生じるミルスケールを還元する方法とがある。両者は原料の違いはあるが、ほぼ方法は類似しているため、当社が主に採用している後者について紹介する²⁾。ミルスケール還元法は Fig. 3 に示すように粗還元工程と仕上還元工程とに分けられる。粗還元工程では主原料のミルスケールと還元材としてのコークスおよび石灰とを、サガーと呼ばれる耐火物容器に同心円状に充填し、トンネル炉にて約 1100°C の温度で還元する。この時できた製品を海绵鉄と呼ぶ。主原料の純度が最終製品の純度に影響を及ぼすので、主原料中の不純物の除去は重要で、現状では磁力による方法に頼っている。このため、当社では鋼材圧延工程で得られる、不純物の少ない良質のミルスケールを用いている。還元剤には反応性の良いものが要求され、当社はコークスを使用している。また、還元剤中の S が海绵鉄中に残留しないよう石灰を還元剤に添加するが、この石灰も還元の初期段階の分解で還元に寄与させている。ついで仕上還元工程では、この海绵鉄を製品の粒度である 150 μm 以下に粉砕するとともに、粉の見掛け密度を調整した後、還元ガス中にて 800~1000°C の温度で仕上炉にて還元処理を行う。焼結部品用には軟らかく圧縮時に変形しやすい鉄粉が要求されるため、この還元処理では、脱酸のみではなく海绵鉄に起因する、C, N, S の除去も行う。還元ガスには H₂ を用い、これに脱炭用として水蒸気を加えている。これらの炉内へ

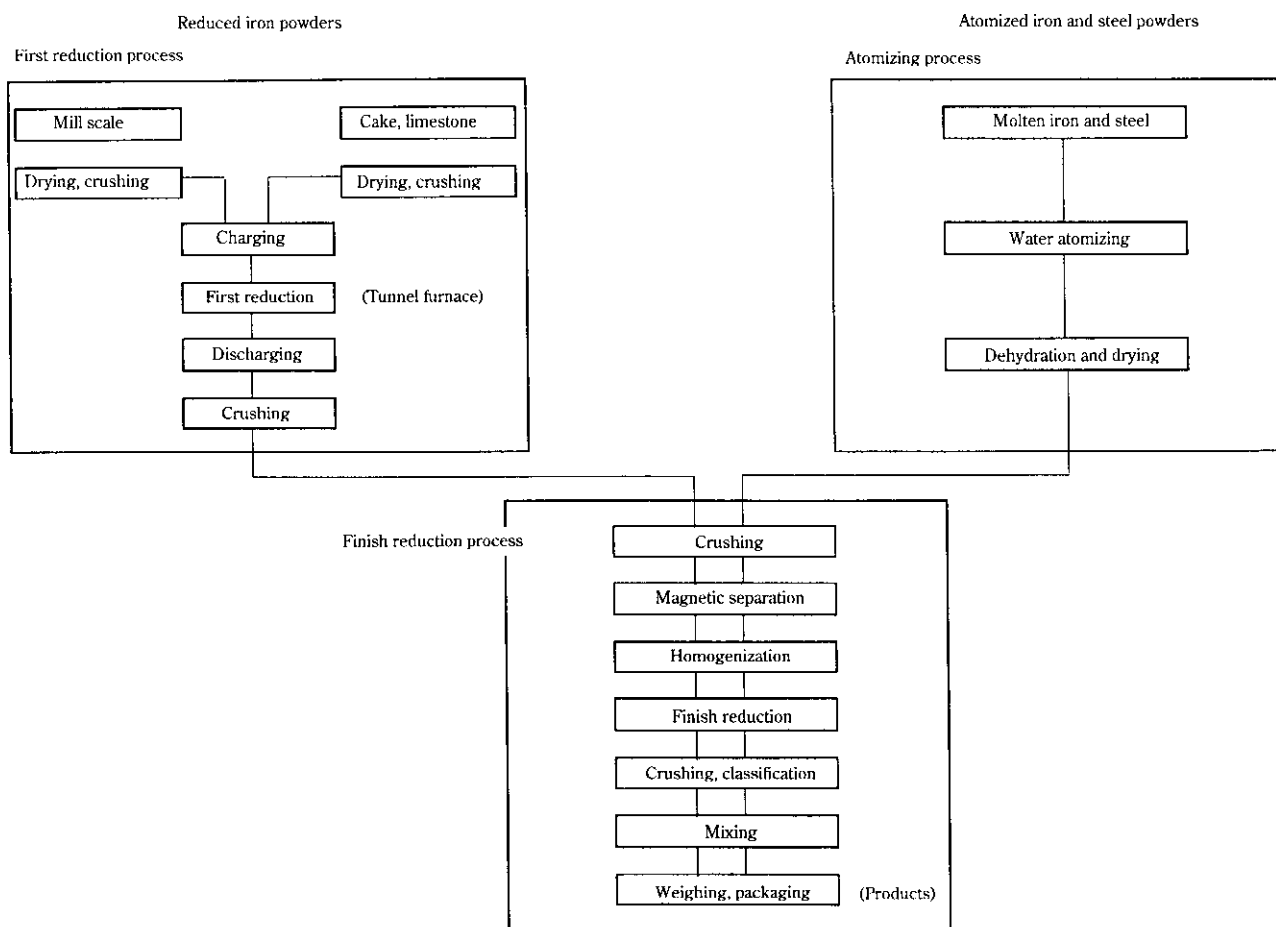


Fig. 3 Iron and steel powders manufacturing process

の吹き込み方法、およびヒートパターンなどにはノウハウが蓄積されている。得られた鉄粉ケーキを粉砕歪みが残らないように軽度粉砕、粒度調整し、最後に混合・梱包して製品にする。

4.2 アトマイズ鉄粉

噴霧法は金属を溶かした溶湯を落下させた溶湯流に、高圧のガスまたは液体ジェットを当てて粉化する方法である。前者はガスアトマイズ法、後者は液体アトマイズ法と呼ばれている。使用する液体として水と油があるが、現在、行われている液体アトマイズ法はすべて水アトマイズ法である。一般にガスアトマイズ法による粉末は、液体アトマイズによるものに比べて、冷却速度が小さく球状粉となる。このため、焼結部品として使用するとき成形体の強度が低く、プレス成形による一般の焼結部品用途にはほとんど使用されていない。一方、液体アトマイズ法は、噴霧後の粒子が急冷却されるため、比較的規則的な粉末が得られるので、一般の焼結部品用としてよく使用されている。噴霧法は製造工程が単純で完全合金粉も製造でき、また生産性にも優れているので、近年は鉄粉製造法の中で主流を占めるようになってきた。Fig. 3に水アトマイズ鉄粉の製造工程を示す。電気炉などで溶解した溶鋼を噴霧設備において細い溶鋼流としてノズルから流出させ、これに10~20 MPaの高圧水を吹きつけて粉砕する。アトマイズ法は鉄を溶解するため還元法に比べ原料の不純物を除去しやすく、溶鋼とスラグの化学平衡、溶鋼を保持している耐火物容器の管理、スラグの巻き込み防止などを制御することにより、高品質の鉄粉が得られる。これらの操作は不純物の成分、量

によりコストを増大させるので、還元法と同様に良質な原料の使用が必要である。次いで脱水、乾燥などを経た後、還元雰囲気中で800~1000°Cの温度で仕上還元する。ここではアトマイズ工程中に生じた粒子表面の酸化被膜の除去に加えて、溶鋼に起因するC、Nの除去、および急冷されたためにできた焼入れ歪みの除去を行う。その後、還元鉄粉と同様の後工程を経て製品にする。この方法によって得られる粉末の特性に影響をおよぼす製造因子には、ガスや水などの噴霧媒の種類に加えて、それらの圧力、流量、溶鋼流の径、溶鋼温度、溶鋼の性質（粘性、表面張力）、溶解雰囲気および噴霧雰囲気などがある³⁾。

4.3 完全合金化粉

個々の粒子が、均一な合金となっている粉末で、アトマイズ法にて製造される。完全合金化粉は粒子が固くなるため圧縮性に劣るので、焼結部品への使用は少なかった。しかし、焼結体の組織が均一で強度が高く、焼入れ時の寸法変化が安定しているため近年見直されてきている⁴⁾。合金成分を溶解した溶鋼を水噴霧した後、純鉄粉と同様に還元ガス中にて仕上還元処理を施して得られる。しかし、この方法ではNiやMoなどの還元されやすい元素の合金にしか適さない。難還元性の元素でかつ焼き入れ性の高いCrやMnなどを有する合金を製造するには、多量の還元ガスを必要とするため工業的には難しい。そこで当社は、Cを合金化させた溶鋼を水アトマイズし、次いで真空中での加熱処理にて、この鉄粉粒子内のCと鉄粉粒子表面のOを反応させ、OとCの同時除去に加えてNも除去

する、真空還元法を開発して採用している⁵⁾。

4.4 部分合金化粉

鉄粉粒子の表面に細かい合金元素粉を拡散接合した、「おはぎ」のような構造の粉末である⁶⁾。一般には純鉄粉の周りに Ni, Cu, Mo などの金属粉を配したものが多く、純鉄粉相当の軟らかさを有した合金粉となるため、圧縮性が高く高密度・高強度の焼結部品用として需要が拡大している。純鉄粉に細かい合金元素粉を混合し、還元ガス中にて加熱することにより、合金元素を鉄粒子の表面に一部拡散させ接合させる。拡散し過ぎると鉄粉粒子が硬くなり圧縮性が低下し、拡散が少ないと使用時に合金元素粉が分離して偏析を起こし、焼結体品質のバラツキの原因となる。合金元素はそれぞれ最適な拡散接合温度が異なるため、拡散接合処理は種々工夫されている。

4.5 プレミックス粉

これまでの分類と異なるが、焼結部品用として現在多用されている。従来は目標特性が得られるよう黒鉛粉、銅粉および潤滑剤などを焼結メーカーが添加混合をしていた。プレミックス粉は鉄粉メーカーがこれらをあらかじめ添加混合し、ユーザーが添加混合作業をすることなく、そのままで成形に供することができる便利な粉末である。近年、原料粉メーカー各社がプレミックス粉の一つである偏析防止粉を開発し、その品質の良さから急速に需要が拡大している。

5 用途と最近の動向

2 章で述べたように鉄粉の用途は多岐にわたるが、ここでは、需要が最も多い焼結部品用および需要が急増している磁性材料用、化学反応用について述べる。

5.1 焼結部品用

鉄粉の主要な用途であり、機械部品用と軸受部品用とに大別される。現在の需要量は機械部品用が約 90% と圧倒的に多く、自動車

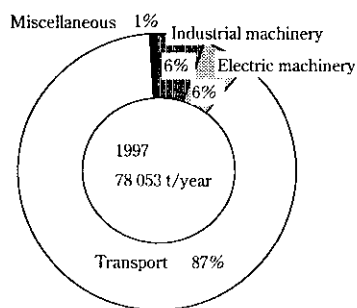


Fig. 4 Production of sintered parts for machinery

部品がその 70% を占めるため、需要は自動車の生産台数に大きく左右される。焼結部品の製造方法は、鉄粉を金型に入れプレスで成形した後、得られた成形体を焼結炉にて焼結し、そのまま、あるいはさらに切削などの後加工を施して製品とする。焼結部品は粉末を固めているため、溶製材に比べて密度が低いので強度は劣る。一方、複雑形状部品を精度良く、高い生産性でかつ安価に製造できる。このため、同一形状で数量の多い自動車、家電製品などに多く採用されている。焼結機械部品の用途別生産比率は Fig. 4 に示すように、輸送機械用が約 90% と圧倒的に多く、そのほとんどが、自動車用焼結部品である。焼結機械部品用はますます高密度、高強度、高精度が要求され、製造工法の開発とあわせた材料開発が盛んに行われている。Table 2 に当社の高強度用合金鋼粉を示す。

以下に最近の技術の動向を紹介する。

5.1.1 偏析防止

黒鉛粉や銅粉を鉄粉に付着させたプレミックス粉の一種が用いられている。これにより、焼結部品製造工程での黒鉛粉や銅粉の偏析を防止し、発塵防止による作業環境の改善、焼結部品の品質バラツキの減少とともに、焼結機械部品の信頼性を向上させた。当社は黒鉛偏析防止粉を 1989 年「KIP クリーンミックス[®]」と命名し市販を開始した⁷⁾。さらに 1998 年には世界に先駆け、銅粉の偏析防止粉および潤滑剤として金属成分を含まないワックス系潤滑剤を使用し、かつ流動性に優れた偏析防止粉も開発し⁸⁾、現在、商品化している⁹⁾。Fig. 5 に偏析防止粉使用の効果例を示す。現在この「KIP クリーンミックス」は当社の焼結部品用鉄粉の主力商品であり、高強度、高寸法精度焼結部品の製造に欠かせないものとなっており、出荷量は当社の焼結部品用鉄粉の約 40% を占めている。

5.1.2 高密度化

焼結材の密度が高いほど、引張り強さ、疲れ強さなどが高くなる。このため、種々の高密度成形法が検討されている。2 回成形 2 回焼結法、焼結鍛造法、高圧力成形法に加え、数年前に発表された温間成形法が盛んに検討されている。温間成形法は、成形に供する粉と

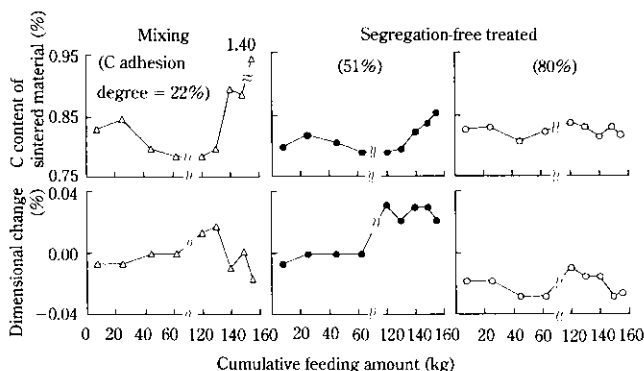


Fig. 5 Stabilizing of sintered material properties with KIP CLEAN-MIX powder (segregation-free treated powder premix)

Table 2 Alloyed steel powders for high strength application

Powders	Alloying methods	Alloy system	Chemical composition (%)					
			Ni	Mo	Mn	Cr	V	Cu
KIP 103 V	Pre-alloying	Cy	—	0.3	—	1	0.3	—
KIP 4100 V			—	0.3	0.7	1	—	—
KIP 30 CRV			—	0.3	—	3	0.3	—
KIP SIGMALOY 2010	Partially alloying	Ni-Mo	2	1	—	—	—	—
KIP SIGMALOY 415		Ni-Cu-Mo	4	0.5	—	—	—	1.5

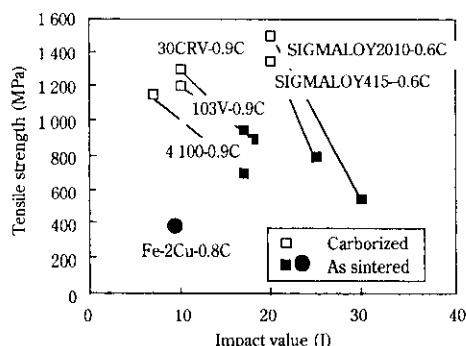


Fig. 6 Tensile strength and impact value of sintered alloy steels

金型を約 150°C に加熱して成形するもので、一回成形より密度が約 0.2 Mg/m³ 上昇し 2 回成形 2 回焼結法に匹敵する密度 (7.4 Mg/m³) が得られる。現在、工具用部品、自動車用部品などへの適用化が進められている。

5.1.3 高強度化

焼結部品は需要拡大向けますます高強度が要求されている。高強度化には上述の高密度化に加えて、焼結性、焼入れ性の良い合金鋼粉が用いられる。従来は、圧縮性が高く、焼結雰囲気を選ばない Ni-Cu-Mo 系の部分合金化粉が多用されていたが、焼入れ性の良い Cr 系材料も見直されている。Fig. 6 に当社の高強度用鋼粉を用いた焼結材料の強度水準を示す^{4,5,10)}。

5.1.4 寸法精度化

通常は寸法精度を向上させるために、焼結後に金型中で矯正するサイジング工程や、焼入れ後の研磨工程などが採用される。最近では省エネルギー、工程短縮などから、これらの工程の省略が工法および原料の両面から検討されている。原料粉の対応としては、一般によく用いられる Fe-Cu-C 系材料では、鉄粉および添加剤の影響を定量化し、それらの成分、粒度を規制管理し、さらに上述の銅粉、黒鉛粉の偏析防止粉を使用するなどにより、従来の約半分程度まで寸法のバラツキが低減している^{7,8)}。また高強度材では偏析防止粉に加えて、焼入れ時の寸法精度が比較的良好な完全合金化粉が再検討されている⁹⁾。

5.1.5 被削性改善

本来は切削加工なしが望ましいが、現状では形状、寸法精度などから、依然として焼結部品の約 30% で切削が行われている。被削性改善材としては従来から含 S 系材料が使われているが、炉を汚し、メッシュベルト (炉内の運搬材料) の寿命を短くしかつ焼結体にススを発生させるなどで扱いにくいため、高価な切削工具の使用に頼るなどしている。当社は焼結中に黒鉛を析出させ、主に切削時

の潤滑効果を目指し材料を開発し、現在数社で試験中である¹¹⁾。

5.2 磁性材用

焼結して使われる場合と、圧縮成形したままで使われる場合とがあるが、現在は後者の圧粉磁心用の需要が多い¹²⁾。圧粉磁心は、鉄粉に熱硬化性樹脂および潤滑剤などを混合し、これを金型中にてプレス成形し、次いで加熱し樹脂を硬化させ製品としたものである。圧粉磁心は従来からダストコアと呼ばれ、鉄粉のほかセンダスト粉、パーマロイ粉などがチョークコイルやノイズフィルター用に使われている。鉄粉系は、1～数百kHz 領域で使われる。ここ数年電子・電気機器のノイズ対策用として、さらに最近のモバイル電子機器用の増加などで需要が急激に増えている。当社は、この用途用に 1997 年還元鉄粉で新商品を開発し MG270H として製造販売している。今後は、これに加えて回転機の高性能化指向による中周波数化や、現在フェライト材が使われている数百kHz 以上の周波数領域の中周波化などにより、ますます鉄粉系材料が増えるものと考えられる。

5.3 化学反応用

廃液中の有害金属の回収、酸化チタンの製造、染料製造工程中の H₂ 発生源および各種溶融塩の鉄源などに、鉄粉が使われている。従来は鉄スクラップが使われていたが、設備の自動化により安定供給のしやすい鉄粉への切り替えが進んでいる。この中で最近需要の多い有害金属の回収について紹介する。環境保全やリサイクル問題が世界的に高まる中、日本においても 1992 年に「再資源利用促進法」が制定され、各分野においてリサイクル技術の確立と実用化が急務となっている。一方、IC 産業や電子部品産業などはますます発展しており、その工程中使用されるエッチング液の廃液処理が問題であった。有害金属の回収法はエッチング液 (FeCl₃) の廃液中の有害金属 (Cu, Ni など) を、鉄粉を還元剤としてイオン化傾向の差を利用した置換反応にて、回収するとともに FeCl₂ に再生する技術である。この方法では、Ni, Cu は金属粉として個別に分離回収される。

6 おわりに

鉄粉の用途には、まだ大きな可能性が残っている。利用技術の用途開発に合った鉄粉の製造技術および商品の開発により、さらに大きな需要の拡大が期待できる。KIP 鉄粉は 1998 年に、「ISO9001」と「ISO14001」を取得し、お客様に安心して使っていただける優れた品質の鉄粉を、安定して供給できる体制を整えている。今後、さまざまな分野で役立つことを期待する。

参考文献

- 1) *Metal Powder Report*, 53(1998)8, 16
- 2) 森岡恭昭：特殊鋼, 29(1980)7, 15
- 3) 新田 稔, 小倉邦明, 斎藤滋之, 杉原 裕：川崎製鉄技報, 24(1992)4, 290
- 4) 宇波 繁, 古君 修, 上ノ蘭聡, 小倉邦明：粉体および粉末冶金, 43(1996)9, 1106
- 5) K. Ogura, R. Okabe, and S. Takajo: *Progress in Powder Metall.*, MPIF, Princeton (N. J.), 43(1987)619
- 6) 小倉邦明, 阿部輝宣, 横石幸雄, 高城重彰, 峰岸俊幸, 初谷栄治：川崎製鉄技報, 19(1987)3, 202
- 7) 峰岸俊幸, 牧野来与志, 杉原 裕, 前田義昭, 高城重彰, 桜田 男：川崎製鉄技報, 24(1992)4, 262
- 8) 上ノ蘭聡, 小倉邦明, 杉原 裕：川崎製鉄技報, 31(1999)2, 135
- 9) 上ノ蘭聡, 小倉邦明, 杉原 裕：川崎製鉄技報, 31(1999)2, 139
- 10) 宇波 繁, 上ノ蘭聡, 小倉邦明, 藤長政志：粉体粉末冶金協会講演概要集平成9年度秋期大会, 1-20A (1997) 109
- 11) 上ノ蘭聡, 小倉邦明, 中野善文, 楊積 彬：粉体および粉末冶金, 44(1997)9, 871
- 12) *Metal Powder Report*, 53(1998)4, 12