

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4960640号
(P4960640)

(45) 発行日 平成24年6月27日(2012.6.27)

(24) 登録日 平成24年3月30日(2012.3.30)

(51) Int. Cl. F I
B O 1 J 2/28 (2006.01) B O 1 J 2/28
B O 1 J 2/16 (2006.01) B O 1 J 2/16
B 2 2 F 1/00 (2006.01) B 2 2 F 1/00 J

請求項の数 9 (全 21 頁)

(21) 出願番号	特願2006-38571 (P2006-38571)	(73) 特許権者	000002369
(22) 出願日	平成18年2月15日(2006.2.15)		セイコーエプソン株式会社
(65) 公開番号	特開2007-216127 (P2007-216127A)		東京都新宿区西新宿2丁目4番1号
(43) 公開日	平成19年8月30日(2007.8.30)	(74) 代理人	100091292
審査請求日	平成20年2月26日(2008.2.26)		弁理士 増田 達哉
審判番号	不服2010-21222 (P2010-21222/J1)	(72) 発明者	門村 剛志
審判請求日	平成22年9月21日(2010.9.21)		青森県八戸市大字河原木字海岸4-44 株式会社アトミックス内
		合議体	
		審判長	藤原 敬士
		審判官	川村 健一
		審判官	川端 修

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 造粒粉末の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

金属材料で構成され、真密度が7~9 g/cm³であり、平均粒径が3~15 μmである複数個の原料粒子を、ポリビニルアルコールおよびポリビニルピロリドンのうちの少なくとも一方で構成されたバインダで結合してなる複数個の第1の造粒粒子を用意し、

複数個の前記第1の造粒粒子を流動層容器内に収納した状態で、該流動層容器の下部側から上部側に向けて60~100の気体を噴射するとともに、前記流動層容器の上部側から下部側に向けて前記バインダを溶解可能な溶媒として水を前記複数個の第1の造粒粒子に噴霧しつつ、前記第1の造粒粒子から溶出したバインダ溶液の存在下で、前記複数個の第1の造粒粒子を転動および/または流動させることにより、粒径を均一化した複数個の第2の造粒粒子を得ることを特徴とする造粒粉末の製造方法。

【請求項2】

金属材料で構成され、真密度が7~9 g/cm³であり、平均粒径が3~15 μmである複数個の原料粒子を、ポリビニルアルコールおよびポリビニルピロリドンのうちの少なくとも一方で構成されたバインダで結合してなる複数個の第1の造粒粒子を得る第1の工程と、

複数個の前記第1の造粒粒子を流動層容器内に収納した状態で、該流動層容器の下部側から上部側に向けて気体を噴射するとともに、前記流動層容器の上部側から下部側に向けて前記バインダを溶解可能な溶媒として水を前記複数個の第1の造粒粒子に噴霧しつつ、前記第1の造粒粒子から溶出したバインダ溶液の存在下で、前記複数個の第1の造粒粒子

を転動および/または流動させることにより、粒径を均一化した複数個の第2の造粒粒子を得る第2の工程とを有することを特徴とする造粒粉末の製造方法。

【請求項3】

前記第1の工程では、前記原料粒子を含む原料粉末に、前記バインダを溶媒に溶解したバインダ溶液を付与しつつ、前記原料粉末を転動および/または流動させることにより、前記複数個の第1の造粒粒子を得る請求項2に記載の造粒粉末の製造方法。

【請求項4】

前記第1の工程の後、かつ、前記第2の工程の前に、各前記第1の造粒粒子から前記溶媒を除去する工程を有する請求項3に記載の造粒粉末の製造方法。

【請求項5】

前記第1の造粒粒子の平均粒径は、 $40 \sim 180 \mu\text{m}$ である請求項1ないし4のいずれかに記載の造粒粉末の製造方法。

【請求項6】

前記第2の造粒粒子の平均粒径が、 $40 \sim 180 \mu\text{m}$ である請求項1ないし5のいずれかに記載の造粒粉末の製造方法。

【請求項7】

前記第2の造粒粒子を得るに際し、前記第1の造粒粒子に対する前記溶媒の供給速度は、時間の経過に従い、漸次変化させる請求項1ないし6のいずれかに記載の造粒粉末の製造方法。

【請求項8】

前記複数個の第2の造粒粒子の見掛け密度は、 $1.8 \sim 6.0 \text{ g/cm}^3$ である請求項1ないし7のいずれかに記載の造粒粉末の製造方法。

【請求項9】

前記複数個の第2の造粒粒子全体における前記バインダの含有量は、全体の $0.2 \sim 1.8$ 重量%である請求項1ないし8のいずれかに記載の造粒粉末の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、造粒粉末の製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

複数の金属粒子をバインダで結合してなる造粒粒子で構成された造粒粉末を用いて、圧粉成形や金属射出成形(MIM)などにより、成形体を製造する方法が知られている(例えば、特許文献1参照。)

このような造粒粉末は、一般に、金属粒子で構成された原料粉末に、バインダを溶媒に溶解したバインダ溶液を加えつつ、原料粉末を転動流動させることにより、製造される。

【0003】

例えば、特許文献1にかかる製造方法にあっては、原料粉末にバインダ溶液を加えつつ転動流動させ、これを乾燥して、造粒粉末を得る。その際、得られる造粒粉末中のバインダの量は設定範囲内としなければならない、造粒操作中に添加できるバインダ溶液の量は限られている。したがって、一定量のバインダ溶液を用いて、一定時間の造粒操作で目的とする造粒粒子を得なければならない。

【0004】

しかしながら、特許文献1にかかる製造方法では、一定量のバインダ溶液を用いて、一定時間の造粒操作で、目的とする造粒粉末を得ることは難しい。例えば、造粒操作時間とバインダ溶液の量とのバランスなどの各種造粒条件の設定が難しく、造粒されないで原料粒子のまま残った粒子や、目標とする造粒粒子よりも大きな造粒粒子が形成されてしまい、得られる造粒粒子の粒径のバラツキが大きくなってしまう場合があった。このような造粒粒子は、見掛け密度や流動度が低く、例えば、成形体の製造に用いると、不具合を生じてしまう。

10

20

30

40

50

【0005】

【特許文献1】特開2003-166003号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明の目的は、バインダの使用量を抑えつつ、得られる造粒粒子の粒径の均一化を図ることができる造粒粉末の製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0007】

このような目的は、下記の本発明により達成される。

本発明の造粒粉末の製造方法は、金属材料で構成され、真密度が7～9 g/cm³であり、平均粒径が3～15 μmである複数個の原料粒子を、ポリビニルアルコールおよびポリビニルピロリドンのうちの少なくとも一方で構成されたバインダで結合してなる複数個の第1の造粒粒子を用意し、

複数個の前記第1の造粒粒子を流動層容器内に収納した状態で、該流動層容器の下部側から上部側に向けて60～100の気体を噴射するとともに、前記流動層容器の上部側から下部側に向けて前記バインダを溶解可能な溶媒として水を前記複数個の第1の造粒粒子に噴霧しつつ、前記第1の造粒粒子から溶出したバインダ溶液の存在下で、前記複数個の第1の造粒粒子を転動および/または流動させることにより、粒径を均一化した複数個の第2の造粒粒子を得ることを特徴とする。

これにより、バインダの使用量を抑えつつ、得られる造粒粒子の粒径の均一化を図ることができる。このようにして得られる造粒粒子（第2の造粒粒子）は、見掛密度が高く、かつ、流動性に優れたものとなり、取り扱い性に優れる。

特に、流動層容器の下部側から気体を導入（噴射）するとともに、流動層容器の上部側から溶媒を噴霧するので、粒径の小さな粒子が選択的に造粒され、粒径の大きな粒子は造粒の進行が防止され、結果として、粒度分布がシャープな（粒度分布の幅が狭い）第2の造粒粉末を得ることができる。

【0008】

本発明の造粒粉末の製造方法は、金属材料で構成され、真密度が7～9 g/cm³であり、平均粒径が3～15 μmである複数個の原料粒子を、ポリビニルアルコールおよびポリビニルピロリドンのうちの少なくとも一方で構成されたバインダで結合してなる複数個の第1の造粒粒子を得る第1の工程と、

複数個の前記第1の造粒粒子を流動層容器内に収納した状態で、該流動層容器の下部側から上部側に向けて気体を噴射するとともに、前記流動層容器の上部側から下部側に向けて前記バインダを溶解可能な溶媒として水を前記複数個の第1の造粒粒子に噴霧しつつ、前記第1の造粒粒子から溶出したバインダ溶液の存在下で、前記複数個の第1の造粒粒子を転動および/または流動させることにより、粒径を均一化した複数個の第2の造粒粒子を得る第2の工程とを有することを特徴とする。

これによっても、バインダの使用量を抑えつつ、得られる造粒粒子の粒径の均一化を図ることができる。このようにして得られる造粒粒子（第2の造粒粒子）も、見掛密度が高く、かつ、流動性に優れたものとなり、取り扱い性に優れる。

特に、流動層容器の下部側から気体を導入（噴射）するとともに、流動層容器の上部側から溶媒を噴霧するので、粒径の小さな粒子が選択的に造粒され、粒径の大きな粒子は造粒の進行が防止され、結果として、粒度分布がシャープな（粒度分布の幅が狭い）第2の造粒粉末を得ることができる。

【0009】

本発明の造粒粉末の製造方法では、前記第1の工程では、前記原料粒子を含む原料粉末に、前記バインダを溶媒に溶解したバインダ溶液を付与しつつ、前記原料粉末を転動および/または流動させることにより、前記複数個の第1の造粒粒子を得ることが好ましい。

このようにして得られた第1の造粒粒子の粒径は一般にバラツキが大きいため、本発明

10

20

30

40

50

を適用することにより、その効果が特に顕著となる。

【0010】

本発明の造粒粉末の製造方法では、前記第1の工程の後、かつ、前記第2の工程の前に、各前記第1の造粒粒子から前記溶媒を除去する工程を有することが好ましい。

これにより、第2の工程における第1の造粒粒子の不本意な変形を防止し、得られる第2の造粒粒子の形状の均一化を図ることができる。

【0011】

本発明の造粒粉末の製造方法では、前記第1の造粒粒子の平均粒径は、40～180 μmであることが好ましい。

これにより、得られる第2の造粒粒子の粒径の均一化をより確実に図ることができる。

10

【0012】

本発明の造粒粉末の製造方法では、前記第2の造粒粒子の平均粒径が、40～180 μmであることが好ましい。

これにより、得られる第2の造粒粒子の粒径の均一化をより確実に図ることができる。

本発明の造粒粉末の製造方法では、前記第2の造粒粒子を得るに際し、前記第1の造粒粒子に対する前記溶媒の供給速度は、時間の経過に従い、漸次変化させることが好ましい。

これにより、得られる第2の造粒粒子の形状の均一化をより確実に図ることができる。

【0013】

本発明の造粒粉末の製造方法では、前記複数個の第2の造粒粒子の見掛密度は、1.8～6.0 g/cm³であることが好ましい。

20

これにより、得られる第2の造粒粒子は、優れた特性を有する。

本発明の造粒粉末の製造方法では、前記複数個の第2の造粒粒子全体における前記パイндаの含有量は、全体の0.2～1.8重量%であることが好ましい。

これにより、得られる第2の造粒粒子は、優れた特性を有する。

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

以下、本発明の造粒粉末の製造方法および造粒粉末の好適な実施形態について、添付図面を参照しつつ詳細に説明する。

まず、本発明の造粒粉末の製造方法において用いられる造粒装置について説明する。

30

図1は、本発明の造粒粉末の製造方法において用いられる造粒装置の構成を示す模式図である。

【0015】

造粒装置1は、造粒を行うための流動層容器10と、流動層容器10の底部付近に配設されたロータ20と、パイнда溶液を噴霧するスプレーノズル40と、パイндаを溶解可能な溶媒を噴霧するスプレーノズル50とを備えている。また、流動層容器10の上部側には、通気性を有するフィルターシステム11が設けられ、流動層容器10の外部に排気することが可能になっている。これにより、原料粉末や造粒粉末が流動層容器10外部への漏出するのを防止することができる。

【0016】

40

流動層容器10は、上部側が錘状（例えば円錐筒状）、下部側が筒状（例えば円筒状）をなしている。流動層容器10がこのような形状をなしていることにより、粉末が必要以上に浮遊するのを防止しつつ、粒径の比較的小さい粉末を、所望の領域に効率良く浮遊させることができる。その結果、粒度分布がシャープな造粒粉末をより効率良く製造することができる。

【0017】

また、流動層容器10の底部側（下部側）には、多孔板等で構成された通気部30が設けられている。造粒時においては、この通気部30を介して導入された気体（例えば、温風）により、流動層容器10の内部に上昇気流を発生させ、流動層容器10内の粉末を浮遊させて流動層を形成する。

50

ロータ20には、その下部に、流動層容器10の底部の中心を貫通して下方に延びる回転駆動軸21が設けられている。この回転駆動軸21は、回転駆動源(図示省略)によって正逆方向に回転駆動される。これにより、ロータ20が駆動される。

【0018】

スプレーノズル40は、流動層容器10の上部側に配され、流動層容器10の上方側から下方側に向けてバインダ溶液を噴霧するように構成されている。スプレーノズル40からバインダ溶液を噴霧することにより、スプレーノズル40付近には、下降気流が発生する。このスプレーノズル40は、主として、後述する造粒粉末の製造時における第1の工程に主として使用される。

【0019】

スプレーノズル50も、スプレーノズル40と同様に流動層容器10の上部側に配され、流動層容器10の上方側から下方側に向けて溶媒を噴霧するように構成されている。スプレーノズル50から溶媒を噴霧することにより、スプレーノズル40付近には、下降気流が発生する。このスプレーノズル50は、主として、後述する造粒粉末の製造時における第2の工程に使用される。

ここで、前述したような転動流動装置1の動作、すなわち転動流動装置1を用いた造粒粉末の製造方法を説明する。転動流動装置1を用いた造粒粉末の製造方法は、本発明の造粒粉末の製造方法の一例であり、本発明の造粒粉末の製造方法がこれに限定されないのは、言うまでもない。

【0020】

本実施形態では、造粒粉末を製造するに際しては、まず、複数個の原料粒子をバインダで結合してなる複数個の第1の造粒粒子を用意し、この複数個の第1の造粒粒子に溶媒を付与しつつ転動流動させることにより、粒径の均一化された複数個の第2の造粒粒子を得る。そして、本実施形態では、この複数個の第2の造粒粒子を最終的に得られる造粒粉末とする。なお、以下では、「複数個の第1の造粒粒子」を「第1の造粒粉末」といい、「複数個の第2の造粒粒子」を「第2の造粒粉末」という。

【0021】

本実施形態では、まず、第1の造粒粉末を製造し、しかる後に、この第1の造粒粉末の第1の造粒粒子の粒径を均一化して、第2の造粒粉末を得る。すなわち、本実施形態における造粒粉末の製造方法は、[1]第1の造粒粉末を得る第1の工程と、[2]第2の造粒粉末を得る第2の工程とを有する。

以下、第1の工程、第2の工程を順次詳細に説明する。

【0022】

[1]第1の工程

まず、上述したような転動流動造粒装置1の流動層容器10の内部に原料粉末を収納し、流動層容器10の下部側(通気部30)から気体を導入する(噴射させる)とともに、ロータ(攪拌手段)20により攪拌することにより原料粉末を転動流動させる。このような状態で、ミスト状態のバインダ溶液をスプレーノズル40から噴霧することにより供給して、原料粉末にバインダを付着させて、第1の造粒粉末を得る。

【0023】

すなわち、第1の工程では、原料粒子を含む原料粉末に、バインダを溶媒に溶解したバインダ溶液を付与しつつ、原料粉末を転動流動させることにより、第1の造粒粉末を得る。このようにして得られた第1の造粒粒子の粒径は一般にバラツキが大きいいため、本発明を適用すること(より具体的には第1の造粒粉末に対し後述するような第2の工程を施すこと)により、その効果が特に顕著となる。

【0024】

流動層容器10内に投入された原料粒子80は、通気部30から導入(噴出)された気体により流動層容器10に発生した上昇気流に乗って上昇する。比較的高い領域にまで(スプレーノズル40の噴射口付近まで)上昇した原料粒子80に、スプレーノズル40から噴霧されたミスト状態のバインダ溶液が付与され、湿潤するとともに、バインダ溶液中

10

20

30

40

50

に含まれるバインダにより複数個の原料粒子80が凝集して所定径の粒子に成長する。

【0025】

凝集により成長した粒子は、重量も増加し、失速して落下するとともに、スプレーノズル40からの気体の流れ(下降気流)により帰還せしめられる。そして、下降気流によってロータ20付近に送られ、ロータ20の回転による転動圧密作用や混合作用を受けつつ外周側に移動して、流動層容器10の外周側の上昇気流に戻される。このようにして、流動層容器10内の原料粒子80に、流動層容器10の外周側を上昇し、流動層容器10の中央部付近を下降する方向に循環する流動層が形成される。

【0026】

本実施形態では、上記のように、流動層容器10の下部側から気体を導入(噴射)するとともに、流動層容器10の上部側からバインダ溶液を噴霧する。これにより、粒径の比較的小さい粉末(造粒が十分に進行していない粉末や原料粉末)が、気体により確実にバインダ溶液が付与される領域(以下、「スプレーゾーン」ともいう)まで上昇する一方で、粒径の大きな粒子(造粒の進行度合いが大きい粉末)は、その自重により、噴出(導入)される気体の影響を受け難く、流動層容器10の下部側に留まっている。したがって、粒径の小さな粒子が選択的に造粒され、粒径の大きな粒子は造粒の進行が防止され、結果として、粒度分布がシャープな(粒度分布の幅が狭い)第1の造粒粉末を得ることができる。第1の造粒粉末の粒度分布がシャープであると、後述する第2の工程(粒径の均一化操作)の時間を短縮化することができる。特に、本実施形態では、上記のような粉末の造粒、循環が繰り返されることにより、造粒の度合いのばらつきを小さくすることができる。

10

20

【0027】

また、このような方法で造粒すると、原料粒子が上昇気流により吹き上げられ、粉末粒子同士が十分に分散した状態になっているところに、ミスト状態のバインダ溶液を添加するため、個々の粉末粒子に満遍なくバインダ溶液を付着させることができる。これにより、バインダ溶液を原料粉末(造粒が部分的に進行した造粒粉末を含む)に均一に付着させることができる。

また、流動層容器10の上部からバインダ溶液を噴霧することで、ロータ20の回転作用により、流動層容器10内の気体は旋回流を形成し、原料粉末の上昇が適度に抑制される。その結果、原料粉末とバインダ溶液とが結合(衝突)する機会が増え、得られる第1の造粒粉末は、その粒度分布が特にシャープなものとなる。

30

【0028】

(原料粉末)

原料粉末は、特に限定されず、各種有機材料を主材料として構成された粉末や、各種無機材料を主材料として構成された粉末を用いることができるが、例えば、鋼、鉄ニッケル合金、鉄コバルト合金、鉄シリコン合金、ステンレス鋼等の金属材料で構成された金属粉末等を好適に用いることができる。これらの金属粉末は、1種類を単独で用いてもよいし、2種類以上を混合して用いてもよい。このように金属粉末で構成された原料粉末は、例えば、後述するように成形体の製造原料として用いることができる。

40

【0029】

原料粒子の平均粒径は、特に限定されないが、例えば、3~15 μm であるのが好ましく、5~13 μm であるのがより好ましく、7~11 μm であるのがさらに好ましい。原料粒子の平均粒径が前記範囲内の値であると、第1の工程において、原料粉末を効率よくスプレーゾーンに到達させることができる。その結果、効率よく造粒を行うことができ、粒度分布幅の狭い第1の造粒粉末を得ることが可能となる。また、原料粒子の平均粒径が前記範囲内の値であると、得られる第1の造粒粉末は、重質で、球形度が高く流動性のよいものとなる。このような第1の造粒粉末を後述の第2の工程に供すると、得られる第2の造粒粒子の粒径の均一化をより確実に図ることができ、第2の造粒粉末を成形体製造用により適したものとすることができる。

【0030】

50

これに対し、原料粒子の平均粒径が前記下限値未満であると、粒径が比較的小さい粉末に対する選択的なバインダ溶液の付与を行うのが困難となり、結果として、得られる第1の造粒粉末や第2の造粒粉末は、粒度分布の幅が広いものとなる。また、原料粒子の平均粒径が前記下限値未満であると、粒径の小さい粉末（原料粉末等）のうち、スプレーノズルの噴射口よりも高い領域にまで上昇するものの割合が増え、得られる第1の造粒粉末や第2の造粒粉末における小粒径の粉末（造粒が十分に進行していない粉末）の割合が増え、結果として、得られる第1の造粒粉末や第2の造粒粉末の幅も広がる。また、フィルターシステム11に付着する粉末の量も増え、得られる第1の造粒粉末や第2の造粒粉末の生産効率、製造コストの面からも好ましくない。また、一般に、粒子径が小さいほど活性度が高くなり、例えば後述するような方法で成形体を製造する場合、焼結工程において高い焼結性を得ることが可能となる。ただし、過度に細かい粉末は、比表面積が大きいため表面酸化層が多くなり、酸化物生成の要因となる酸素の含有量が多くなる傾向にある。また過度に細かい粉末は、価格が高いため、安価に製造できるといった特徴をもつ圧粉成形法にはあまり適さない。

10

一方、原料粒子の平均粒径が前記上限値を超えると、原料粉末がスプレーゾーンに到達せず、造粒されないか、または流動していない粉末の固まりにバインダ溶液が直接付与され、造粒ムラの原因となる可能性がある。その結果、得られる第1の造粒粉末や第2の造粒粉末は、粒度分布が広いものになってしまう可能性がある。

【0031】

原料粉末の真密度は、特に限定されないが、例えば、 $6 \sim 14 \text{ g/cm}^3$ であるのが好ましく、 $6 \sim 11 \text{ g/cm}^3$ であるのがより好ましく、 $7 \sim 9 \text{ g/cm}^3$ であるのがさらに好ましい。原料粉末の真密度が前記範囲内の値であると、原料粉末を効率よくスプレーゾーンに到達させることができる。その結果、効率よく造粒を行うことができ、粒度分布幅の狭い第1の造粒粉末や第2の造粒粉末を得ることが可能となる。また、原料粉末の真密度が前記範囲内の値であると、得られる第1の造粒粉末や第2の造粒粉末は、重質で流動性のよい、成形体製造用に適したものとなる。

20

【0032】

これに対し、原料粉末の真密度が前記下限値未満であると、粒径が比較的小さい粉末（小粒径の粉末）に対する選択的なバインダ溶液の付与を行うのが困難となり、結果として、得られる第1の造粒粉末や第2の造粒粉末は、粒度分布の幅が広いものとなる。また、原料粉末の真密度が前記下限値未満であると、粒径の小さい粉末（原料粉末等）のうち、スプレーノズルの噴射口よりも高い領域にまで上昇するものの割合が増え、得られる第1の造粒粉末や第2の造粒粉末における小粒径の粉末（造粒が十分に進行していない粉末）の割合が増え、結果として、粒度分布の幅も広がる。また、フィルターシステム11に付着する粉末の量も増え、第1の造粒粉末や第2の造粒粉末の生産効率、製造コストの面からも好ましくない。

30

一方、原料粉末の真密度が前記上限値を超えると、原料粉末がスプレーゾーンに到達せず、造粒されないか、または流動していない粉末の固まりにバインダ溶液が直接付与され、造粒ムラの原因となる可能性がある。その結果、得られる第1の造粒粉末や第2の造粒粉末は、粒度分布が広いものになってしまう可能性がある。

40

【0033】

（バインダ溶液）

バインダ溶液は、通常、原料粉末同士を結合する機能を有するバインダと、当該バインダを溶解または分散する機能を有する溶媒とを含むものである。

バインダとしては、例えば、ポリビニルアルコール（PVA）、ポリビニルピロリドン（PVP）、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウム、エチレンビスステアロアミド、エチレンビニル共重合体、パラフィン、ワックス、アルギン酸ソーダ、寒天、アラビアゴム、レジン、しょ糖等を用いることができる。その中でも、結合力の強さ、加熱による高い脱バインダ特性、また低価格の観点から、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドンが好ましい。このようなバインダは、1種類を単独で用いて

50

もよいし、2種以上を混合して用いてもよい。

【0034】

なお、本発明で用いられるバインダは、上述したものに限定されず、原料粉末同士の結合剤として機能するものであればよく、公知のものの中から酸化する度や重合度に応じて適宜選択して用いることができる。

バインダ溶液中のバインダの濃度は、0.5～20.0重量%であるのが好ましく、1.0～15.0重量%であるのがより好ましく、2.0～10.0重量%であるのがさらに好ましい。バインダ濃度が前記範囲内の値であると、バインダ溶液中において、バインダを均一に溶解、分散させることができるとともに、各原料粉末に対して、より均一にバインダを付着させることができる。

10

【0035】

これに対し、バインダの濃度が前記下限値未満であると、原料粉末に十分な量のバインダを付与するのが困難となり、原料粉末の造粒を十分に進行させるのが困難になる可能性がある。一方、バインダの濃度が前記上限値を超えると、バインダが過剰に供給され、造粒が過度に進み、その結果、得られる第1の造粒粉末や第2の造粒粉末の粒度分布が広がってしまう可能性がある。また、バインダの濃度が前記上限値を超えると、各原料粉末に対して、均一にバインダを付着させるのが困難になる可能性がある。

【0036】

バインダ溶液を構成する溶媒としては、例えば、水、二硫化炭素、四塩化炭素等の無機溶媒や、メチルエチルケトン(MEK)、アセトン、ジエチルケトン、メチルイソブチルケトン(MIBK)、メチルイソプロピルケトン(MIPK)、シクロヘキサノン、3-ヘプタノン、4-ヘプタノン等のケトン系溶媒、メタノール、エタノール、n-プロパノール、イソプロパノール、n-ブタノール、i-ブタノール、t-ブタノール、3-メチル-1-ブタノール、1-ペンタノール、2-ペンタノール、n-ヘキサノール、シクロヘキサノール、1-ヘプタノール、1-オクタノール、2-オクタノール、2-メトキシエタノール、アリルアルコール、フルフリルアルコール、フェノール等のアルコール系溶媒、ジエチルエーテル、ジプロピルエーテル、ジイソプロピルエーテル、ジブチルエーテル、1,2-ジメトキシエタン(DME)、1,4-ジオキサン、テトラヒドロフラン(THF)、テトラヒドロピラン(THP)、アニソール、ジエチレングリコールジメチルエーテル(ジグリム)、2-メトキシエタノール等のエーテル系溶媒、メチルセロソルブ、エチルセロソルブ、フェニルセロソルブ等のセロソルブ系溶媒、ヘキサン、ペンタン、ヘプタン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン、オクタン、ジデカン、メチルシクロヘキセン、イソブレン等の脂肪族炭化水素系溶媒、トルエン、キシレン、ベンゼン、エチルベンゼン、ナフタレン等の芳香族炭化水素系溶媒、ピリジン、ピラジン、フラン、ピロール、チオフェン、2-メチルピリジン、3-メチルピリジン、4-メチルピリジン、フルフリルアルコール等の芳香族複素環化合物系溶媒、N,N-ジメチルホルムアミド(DMF)、N,N-ジメチルアセトアミド(DMA)等のアミド系溶媒、ジクロロメタン、クロロホルム、1,2-ジクロロエタン、トリクロロエチレン、クロロベンゼン等のハロゲン化合物系溶媒、アセチルアセトン、酢酸エチル、酢酸メチル、酢酸イソプロピル、酢酸イソブチル、酢酸イソペンチル、クロロ酢酸エチル、クロロ酢酸ブチル、クロロ酢酸イソブチル、ギ酸エチル、ギ酸イソブチル、アクリル酸エチル、メタクリル酸メチル、安息香酸エチル等のエステル系溶媒、トリメチルアミン、ヘキシルアミン、トリエチルアミン、アニリン等のアミン系溶媒、アクリロニトリル、アセトニトリル等のニトリル系溶媒、ニトロメタン、ニトロエタン等のニトロ系溶媒、アセトアルデヒド、プロピオンアルデヒド、ブチルアルデヒド、ペンタナール、アクリルアルデヒド等のアルデヒド系溶媒等の有機溶媒等が挙げられ、これらから選択される1種または2種以上を混合したものをを用いることができる。

20

30

40

【0037】

(第1の造粒粉末)

第1の造粒粉末は、複数の原料粒子をバインダで結合してなる第1の造粒粒子を主とし

50

て構成されたものである。なお、第1の造粒粉末は、前述したような第1の造粒粒子以外の粒子、例えば各種添加剤や未造粒の粒子などを含んでいてもよい。

得られる第1の造粒粉末における第1の造粒粒子の平均粒径は、特に限定されないが、例えば、40～180 μm であるのが好ましく、45～160 μm であるのがより好ましく、50～140 μm であるのがさらに好ましい。これにより、得られる第2の造粒粒子の粒径の均一化をより確実に図ることができる。平均粒径が前記下限値未満であると、後述する第2の工程にて得られる第2の造粒粒子の平均粒径も小さくなり、最終的に得られる造粒粉末（第2の造粒粉末）を用いて成形体を製造した場合、粉末の流動性が安定せず、焼結体（成形体）の寸法ばらつきが大きくなる可能性がある。一方、平均粒径が前記上限値を超えると、後述する第2の工程にて得られる第2の造粒粒子の平均粒径も大きくなり、最終的に得られる造粒粉末（第2の造粒粉末）を用いて成形体を製造した場合、特に小さい成形体の製造において、充填ムラが起こりやすくなり、焼結体（成形体）の寸法ばらつきが大きくなる可能性がある。

10

【0038】

また、第1の工程での流動層容器10への導入部における気体の流動速度（供給速度）は、0.20～0.50m/秒であるのが好ましく、0.25～0.47m/秒であるのがより好ましく、0.30～0.44m/秒であるのがさらに好ましい。これにより、原料粉末をスプレーゾーンにまで確実に到達させて、粒径が比較的小さい粉末の造粒を効率良く行うことができる。

【0039】

これに対し、前記気体の流動速度（供給速度）が前記下限値未満であると、原料粉末をスプレーゾーンにまで確実に到達させることができず、造粒することができないか、または流動していない粉末の固まりにバインダ溶液が直接付与され、造粒ムラの原因となる。その結果、得られる第1の造粒粉末は、粒度分布が広いものになってしまう。一方、気体の流動速度（供給速度）が前記上限値を超えると、粒径の小さい粉末（原料粉末等）が、スプレーノズルの噴射口よりも高い領域にまで上昇してしまい、第1の造粒粉末における小粒径の粉末（造粒が十分に進行していない粉末）の割合が増え、結果として、粒度分布の幅も広くなる。また、フィルターシステム11に付着する粉末の量も増え、第1の造粒粉末の生産効率、製造コストの面からも好ましくない。

20

【0040】

また、流動層容器10内に供給される気体の温度は、特に限定されないが、例えば、50～110であるのが好ましく、60～100であるのがより好ましく、70～90であるのがさらに好ましい。供給される気体の温度が前記範囲内の値であると、バインダによる原料粉末の結合（造粒）を速やかに進行させつつ、得られる第1の造粒粉末の粒度分布をよりシャープなものとすることができる。

30

【0041】

これに対し、気体の温度が前記下限値未満であると、十分に乾燥が進まず、粉末中の水分量が増加していき、流動しにくくなり、正常な造粒がなされない可能性がある。一方、気体の温度が前記上限値を超えると、乾燥速度が速くなりすぎ、噴霧したバインダ溶液の液滴が粉末と接触する前に乾燥してしまい、バインダとしての役割を果たさず、十分に造粒が進まない可能性がある。

40

【0042】

第1の工程におけるロータ周速度は、原料粉末の転動流動が最低限確保できるものであれば、特に限定されないが、例えば、0.10～1.20m/秒であるのが好ましく、0.20～1.10m/秒であるのがより好ましく、0.30～1.00m/秒であるのがさらに好ましい。ロータの周速度が前記範囲内の値であると、原料粉末を効率よくスプレーゾーンに到達させて、効率よく造粒を行うことができる。また、適度な圧密状態が得られるので、見掛密度の高い第1の造粒粉末とすることができる。その結果、より緻密な造粒で、粒度分布幅が特に狭い第1の造粒粉末を得ることができる。

【0043】

50

これに対し、ロータ周速度が前記下限値未満であると、原料粉末の転動流動が不十分となり、原料粉末がスプレーゾーンに到達せず、造粒されないか、または流動していない粉末の固まりにバインダ溶液が直接付与され、造粒ムラの原因となる可能性があり、また、圧密が不十分となり、見掛密度の低い第1の造粒粉末、そして球状にならず不規則形状の流動性の良くない第1の造粒粉末となる可能性がある。一方、ロータ周速度が前記上限値を超えると、粒度の大きい粉末まで舞い上げられ、スプレーゾーンに到達し、過剰に造粒される（粒度の小さな粒子の選択的な造粒が困難になる）可能性がある。また、ロータによる造粒の解砕が進み、造粒が進まない粉末が多くなる可能性がある。

【0044】

第1の工程におけるバインダ溶液の供給速度は、特に限定されないが、例えば、3.0 ~ 300.0 g / 分であるのが好ましく、4.0 ~ 290.0 g / 分であるのがより好ましく、5.0 ~ 280.0 g / 分であるのがさらに好ましい。バインダ溶液の供給速度が前記範囲内の値であると、バインダによる原料粉末の結合（造粒）をムラなく進行させつつ、得られる第1の造粒粉末の粒度分布をよりシャープなものとする事ができる。

10

【0045】

これに対し、バインダ溶液の供給速度が前記下限値未満であると、バインダ溶液が十分に供給されず原料粉末が造粒されないまま残留する可能性がある。一方、バインダ溶液の供給速度が前記上限値を超えると、バインダが過剰に供給され、造粒が過度に進む可能性がある。その結果、得られる第1の造粒粉末は、粒度分布が広いものになってしまう可能性がある。

20

【0046】

上記のような第1の工程の処理時間は、特に限定されないが、1 ~ 90分間であるのが好ましく、2 ~ 85分間であるのがより好ましく、3 ~ 80分間であるのがさらに好ましい。第1の工程の処理時間が前記下限値未満であると、比較的多くの小粒径粉末（未造粒の原料粉末等）が残存する可能性があり、後の第2の工程を行ったとしても、得られる第1の造粒粉末の粒度分布を十分にシャープなものとするのが困難になる可能性がある。一方、第1の工程の処理時間が前記上限値を超えると、粒径の比較的大きい粉末（流動していない粉末の固まり）にバインダ溶液が直接付与され、造粒ムラの原因となる可能性がある。

以上のような第1の工程により第1の造粒粉末を製造することができる。

30

【0047】

その後、必要に応じて、後述する第2の工程に先立ち、得られた第1の造粒粉末を乾燥する工程を行ってもよい。すなわち、第1の工程の後、かつ、第2の工程の前に、第1の造粒粉末から溶媒を除去する工程を有していてもよい。この場合、後述する第2の工程における第1の造粒粒子の不本意な変形を防止し、得られる第2の造粒粒子の形状の均一化を図ることができる。

【0048】

[2] 第2の工程

本工程では、スプレーノズル40からのバインダ溶液の噴霧を停止した状態で、図2（b）に示すように、スプレーノズル50から溶媒を噴霧しながら、さらに、前述した第1の工程で得られた第1の造粒粉末（第1の造粒粒子80a）に対し前述したような転動流動動作を行う。これにより、前述した第1の工程で得られた第1の造粒粉末に溶媒を付与しつつ、この第1の造粒粉末を転動流動させることができる。このような転動流動動作を受けた第1の造粒粉末における第1の造粒粒子は、その粒径が均一化されて、第2の造粒粒子となる。すなわち、第2の造粒粒子を主として構成された第2の造粒粉末が得られる。

40

【0049】

なお、第2の造粒粉末は、前述したような第2の造粒粒子以外の粒子、例えば各種添加剤や未造粒の粒子などを含んでいてもよい。

これにより、バインダ溶液を追加しなくても、第1の造粒粒子80aの粒径を均一化す

50

ることができる。その結果、バインダの使用量を抑えつつ、得られる造粒粒子（第2の造粒粒子）の粒径の均一化を図ることができる。このようにして得られる造粒粒子（第2の造粒粒子）は、見掛密度が高く、かつ、流動性に優れたものとなり、取り扱い性に優れる。

【0050】

より具体的に説明すると、流動層容器10内の第1の造粒粒子80aは、通気部30から導入（噴出）された気体により流動層容器10に発生した上昇気流に乗って上昇する。比較的高い領域にまで（スプレーノズル50の噴射口付近まで）上昇した第1の造粒粒子80aに、スプレーノズル50から噴霧されたミスト状態の溶媒が付与され、湿潤する。

すると、第1の造粒粒子中のバインダの一部がバインダ溶液となり、そのバインダ溶液の存在下で、第1の造粒粒子が転動流動されるため、第1の造粒粉末に対し造粒が再び進行する。その際、例えば、前述した第1の工程にて造粒が十分に進行せずに粒径の比較的小さい第1の造粒粒子や原料粒子同士が凝集して成長する。一方、前述した第1の工程にて過度に成長してしまった比較的大きな第1の造粒粒子は、前記湿潤により、一部（特に外表面付近）のバインダが溶け出し、これに伴って、一部の原料粒子も離脱し、粒径が縮小する。また、粒径が比較的大きくてもバインダ量の比較的多い（原料粒子の少ない）第1の造粒粒子は、積極的に湿潤し、バインダ溶液を溶出させ、比較的大きな第1の造粒粒子や原料粉末と凝集して成長する。

【0051】

このようにして、第1の造粒粒子80aは、その粒径が均一化されて、第2の造粒粒子となる。

凝集により成長した粒子は、重量も増加し、失速して落下するとともに、スプレーノズル50からの気体の流れ（下降気流）により帰還せしめられる。そして、下降気流によってロータ20付近に送られ、ロータ20の回転による転動圧密作用や混合作用を受けつつ外周側に移動して、流動層容器10の外周側の上昇気流に戻される。このようにして、流動層容器10内の第1の造粒粒子80aに、流動層容器10の外周側を上昇し、流動層容器10の中央部付近を下降する方向に循環する流動層が形成される。

【0052】

本実施形態では、上記のように、流動層容器10の下部側から気体を導入（噴射）するとともに、流動層容器10の上部側から溶媒を噴霧する。これにより、粒径の比較的小さい粉末（造粒が十分に進行していない第1の造粒粒子や原料粒子）が、気体により確実に溶媒が付与される領域（すなわち、前述したスプレーゾーン）まで上昇する一方で、粒径の大きな粒子（造粒の進行度合いが大きい粒子）は、その自重により、噴出（導入）される気体の影響を受け難く、流動層容器10の下部側に留まっている。したがって、粒径の小さな粒子が選択的に造粒され、粒径の大きな粒子は造粒の進行が防止され、結果として、粒度分布がシャープな（粒度分布の幅が狭い）第2の造粒粉末を得ることができる。特に、本実施形態では、上記のような粉末の造粒、循環が繰り返されることにより、造粒の度合いのばらつきを小さくすることができる。

【0053】

また、第2の造粒粉末を得るに際し、第1の造粒粉末に対する溶媒の付与を、溶媒を噴霧することにより行うので、第1の造粒粉末に対し均一に溶媒を付与して、得られる造粒粒子（第2の造粒粒子）の粒径の均一化をより図ることができる。より具体的には、第1の造粒粒子80aが上昇気流により吹き上げられ、第1の造粒粒子80a同士が十分に分散した状態になっているところに、ミスト状態の溶媒を添加するため、個々の第1の造粒粒子80aに満遍なく溶媒を付着させることができる。これにより、溶媒を第1の造粒粒子80a（粒径の均一化が部分的に進行した造粒粒子を含む）に均一に付着させることができる。

【0054】

また、流動層容器10の上部から溶媒を噴霧することで、ロータ20の回転作用により、流動層容器10内の気体は旋回流を形成し、第1の造粒粒子80aの上昇が適度に抑制

される。その結果、第1の造粒粒子80aと溶媒とが接触する機会が増え、第1の造粒粒子80aの粒径の均一化が積極的に図られ、得られる第2の造粒粉末は、その粒度分布が特にシャープなものとなる。

【0055】

また、流動層容器10への気体の導入部における気体の流動速度（供給速度）は、0.60～0.90m/秒であるのが好ましく、0.62～0.85m/秒であるのがより好ましく、0.64～0.80m/秒であるのがさらに好ましい。第2の工程における気体の流動速度（供給速度）を前記範囲内の値とすることで、第1の工程で十分に造粒が進行しなかった粒径が比較的小さい粉末を、優先的にスプレーゾーンに到達させることができ、比較的小さい粉末が優先的に造粒される。一方、比較的大きい粉末はスプレーゾーンにまで到達せず造粒されない。その結果、全体として、造粒（粒径の均一化）が均一に行われ、緻密な造粒で、粒度分布幅の狭い第2の造粒粉末を得ることが可能となる。

10

【0056】

これに対し、第2の工程における気体の流動速度（供給速度）が前記下限値未満であると、大粒径の粉末が、小粒径の粉末（造粒が十分に進行していない粉末）の気流による上昇を阻害し、比較的小さい粒子であってもスプレーゾーンにまで到達することができず、小粒径の粉末の選択的な造粒が困難となる。その結果、得られる第2の造粒粉末は、粒度分布が広いものになってしまう。一方、気体の流動速度（供給速度）が前記上限値を超えると、粒径の比較的小さい粉末が、スプレーノズルの噴射口よりも高い領域にまで上昇してしまい、第2の造粒粉末（最終的な造粒粉末またはその中間生成粉末）における小粒径の粉末（造粒が十分に進行していない粉末）の割合が増え、結果として、粒度分布の幅も広がる。また、フィルターシステム11に付着する粉末の量も増え、第2の造粒粉末の生産効率、製造コストの面からも好ましくない。

20

【0057】

また、流動層容器10内に供給される気体の温度は、特に限定されないが、例えば、50～110であるのが好ましく、60～100であるのがより好ましく、70～90であるのがさらに好ましい。供給される気体の温度が前記範囲内の値であると、バインダによる粉末の結合（造粒）を速やかに進行させつつ、得られる第2の造粒粉末の粒度分布をよりシャープなものとするができる。

【0058】

これに対し、気体の温度が前記下限値未満であると、十分に乾燥が進まず、粉末中の水分量が増加していき、流動しにくくなり、正常な造粒がなされない可能性がある。一方、気体の温度が前記上限値を超えると、乾燥速度が速くなりすぎ、第1の造粒粒子中のバインダを溶媒で溶かすことができなかつたり、第1の造粒粒子中のバインダを溶媒で溶かすことができても、溶け出したバインダ溶液の液滴が粉末と接触する前に乾燥してしまい、バインダとしての役割を果たさず、十分に造粒が進まない可能性がある。

30

【0059】

第2の工程におけるロータ周速度は、第1の工程におけるロータ周速度より大きいものであるのが好ましい。

第2の工程におけるロータ周速度は、粉末の転動流動が最低限確保できるものであれば、特に限定されないが、例えば、0.50～1.60m/秒であるのが好ましく、0.55～1.50m/秒であるのがより好ましく、0.60～1.40m/秒であるのがさらに好ましい。ロータの周速度が前記範囲内の値であると、粒度の比較的小さい粉末を効率よくスプレーゾーンに到達させて、効率よく造粒を行うことができる。また、適度な圧密状態が得られるので、見掛密度の高い第2の造粒粉末とすることができる。その結果、より緻密な造粒で、粒度分布幅が特に狭い第2の造粒粉末を得ることができる。

40

【0060】

これに対し、ロータ周速度が前記下限値未満であると、粉末の転動流動が不十分となり、粒度の比較的小さい粉末がスプレーゾーンに到達せず、造粒されないか、または流動していない粉末の固まりにバインダ溶液が直接付与され、造粒ムラの原因となる可能性があ

50

る。一方、ロータ周速度が前記上限値を超えると、粒度の大きい粉末まで舞い上げられ、スプレーゾーンに到達し、過剰に造粒される（粒度の小さな粒子の選択的な造粒が困難になる）可能性がある。

【 0 0 6 1 】

第2の工程における溶媒の供給速度は、特に限定されないが、例えば、3.0～300 g / 分であるのが好ましく、4.0～290 g / 分であるのがより好ましく、5.0～280 g / 分であるのがさらに好ましい。溶媒の供給速度が前記範囲内の値であると、溶媒により第1の造粒粒子の粒径の均一化をムラなく進行させつつ、得られる第2の造粒粉末の粒度分布をよりシャープなものとする事ができる。すなわち、得られる第2の造粒粒子の粒径の均一化をより確実に図ることができる。

10

【 0 0 6 2 】

これに対し、溶媒の供給速度が前記下限値未満であると、溶媒が十分に供給されず、例えば、粒径が比較的小さい粉末が造粒されないまま残留する可能性がある。一方、溶媒の供給速度が前記上限値を超えると、溶媒が過剰に供給され、得られる第2の造粒粒子の形状が不均一になってしまう可能性がある。

また、第2の造粒粉末を得るに際し、第1の造粒粉末に対する溶媒の供給速度は、時間の経過に従い、漸次変化させるのが好ましい。これにより、得られる第2の造粒粒子の形状の均一化をより確実に図ることができる。この場合、前記供給速度は、連続的に変化させてもよいし、断続的に変化させてもよい。

【 0 0 6 3 】

20

上記のような第2の工程の処理時間は、特に限定されないが、5～180分間であるのが好ましく、10～170分間であるのがより好ましく、15～160分間であるのがさらに好ましい。第2の工程の処理時間が前記下限値未満であると、小粒径粉末に対する造粒を十分に行うことができず、得られる第2の造粒粉末の粒度分布を十分にシャープなものとするのが困難になる可能性がある。一方、第2の工程の処理時間が前記上限値を超えると、造粒による第1の造粒粒子の粒径の均一化の効果がそれ以上得られない。

【 0 0 6 4 】

上記のような造粒粉末の製造方法は、粒度分布幅が広がる傾向の強い転動流動造粒法において、緻密な造粒で、粒度分布幅の狭い造粒粉末を得ることが可能となる。この造粒粉末は、重質で流動性がよく、成形体の製造に好適に用いることができる。

30

第2の造粒粒子の平均粒径は、特に限定されないが、後述するような成形体の製造に用いるものである場合、40～180 μmであるのが好ましく、45～160 μmであるのがより好ましく、50～140 μmであるのがさらに好ましい。これにより、得られる第2の造粒粒子の粒径の均一化をより確実に図ることができる。平均粒径が前記下限値未満であると、成形体を製造する場合において、粉末の流動性が安定せず、焼結体（成形体）の寸法ばらつきが大きくなる可能性がある。一方、平均粒径が前記上限値を超えると、特に小さい成形体の製造において、充填ムラが起こりやすくなり、焼結体（成形体）の寸法ばらつきが大きくなる可能性がある。

【 0 0 6 5 】

また、第2の造粒粉末中のバインダの含有量は、特に限定されないが、第2の造粒粉末（最終的に得られる造粒粉末）が後述するような成形体の製造に用いられるものである場合、0.2～1.8重量%であるのが好ましく、0.3～1.5重量%であるのがより好ましい。これにより、得られる第2の造粒粉末は、優れた特性を有する。例えば、含有量が前記下限値未満であると、後述するような成形体を製造する場合において、造粒が不十分で粉末の流動性が安定せず、焼結体（成形体）の寸法ばらつきが大きくなる可能性がある。また、十分な成形体強度が得られない可能性がある。一方、含有量が前記上限値を超えると、得られる焼結体（成形体）の空孔率が大きくなり、機械的強度、寸法安定性が低下する可能性がある。

40

【 0 0 6 6 】

また、第2の造粒粉末の密度は、特に限定されないが、第2の造粒粉末（最終的に得ら

50

れる造粒粉末)が後述するような成形体の製造に用いられるものである場合、見掛密度が $1.8 \sim 6.0 \text{ g/cm}^3$ であるのが好ましく、 $2.0 \sim 5.5 \text{ g/cm}^3$ 以上であるのがより好ましい。これにより、得られる第2の造粒粉末は、優れた特性を有する。例えば、第2の造粒粉末の見掛密度が前記範囲内の値であると、十分に高密度で、引張り強さ、硬さ等の機械的特性や耐食性、磁気特性に優れた成形体を得ることが可能となる。また、成形密度を十分に高めることができ、焼結時等における寸法変化率を十分に小さくすることができ、成形体の寸法精度を十分に高めることができる。

なお、本発明の造粒粉末(第2の造粒粉末)は、その用途等に応じて、その他の成分として、可塑剤、分散剤、界面活性剤、潤滑剤等の添加物等を含むものであってもよい。このような場合、例えば、原料粉末、バインダ溶液等に上記のような成分を含ませることで、好適に造粒粉末を製造することができる。

10

【0067】

本発明の造粒粉末の用途は、特に限定されないが、例えば、当該造粒粉末を含む成形体の製造、特に、当該造粒粉末を含む成形体を焼結することにより得られる焼結体の製造に好適に用いることができる。

成形体(焼結体)の製造方法は、特に限定されず、例えば、圧粉成形法が好ましい。なお、成形体(焼結体)の製造は、例えば、造粒粉末と有機バインダとを混合、混練し、この混練物を用いて射出成形することにより成形体(仮成形体)を得、当該成形体に脱脂処理(脱バインダ処理)、焼結処理を施すことにより焼結体(目的とする成形体)を得る金属射出成形(MIM: Metal Injection Molding)法等により行うものであってもよい。

20

以下、圧粉成形法による成形体(焼結体)の製造について説明する。

【0068】

<成形>

まず、上述したような本発明の造粒粉末を用いて、プレス成形機により成形し、所望の形状、寸法の成形体を製造する。

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

【0069】

<脱脂処理>

前述した成形工程で得られた成形体に対し、脱脂処理(脱バインダ処理)を施し、脱脂体を得る。

30

この脱脂処理としては、特に限定されないが、非酸化性雰囲気、例えば真空または減圧状態下(例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6} \text{ Torr}$)、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、水素ガス、アンモニア分解ガス等のガス中で、熱処理を行うことによりなされる。

【0070】

この場合、熱処理の条件は、バインダの分解開始温度等によって若干異なるが、好ましくは温度 $100 \sim 750$ 程度で $0.5 \sim 40$ 時間程度、より好ましくは温度 $150 \sim 600$ 程度で $1 \sim 24$ 時間程度とされる。

また、このような熱処理による脱脂は、種々の目的(例えば、脱脂時間の短縮等の目的)で、複数の工程(段階)に分けて行ってもよい。この場合、例えば、前半を低温で、後半を高温で脱脂するような方法や、低温と高温を繰り返し行う方法等が挙げられる。

40

なお、バインダは、脱脂処理によって完全に除去されなくてもよく、例えば、脱脂処理の完了時点で、その一部が残存していてもよい。

【0071】

<焼結>

前述した脱脂処理工程で得られた脱脂体を焼結炉で焼成して焼結し、目的とする焼結体を得る。

この焼結により、造粒粉末を構成していた金属粉末は、拡散、粒成長し、結晶粒となり、全体として緻密な、すなわち高密度、低空孔率の成形体を得られる。

【0072】

50

焼結時における焼結温度は、造粒粉末の組成等により若干異なるが、例えば、1000～1500 であるのが好ましく、1030～1450 であるのがより好ましい。焼結温度が前記下限値未満であると、造粒粉末の拡散、粒成長が十分に進行せず、最終的に得られる成形体の空孔率が大きくなり、十分な機械的強度が得られない可能性がある。一方、焼結温度が前記上限値を超えると、熱変形を生じ易くなり、最終的に得られる成形体の寸法精度が低下する傾向を示す。

【0073】

焼結時間は、0.5～8時間程度であるのが好ましく、1～5時間程度であるのがより好ましい。

また、焼結雰囲気は、特に限定されないが減圧（真空）下または非酸化性雰囲気とされるのが好ましい。これにより、金属の酸化による特性劣化を防ぐことができる。

好ましい焼結雰囲気としては、1Torr以下（より好ましくは $1 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torr）の減圧（真空）下、または1～760Torrの窒素ガス、アルゴンガス等の不活性ガス雰囲気、または1～760Torrの水素ガス雰囲気であるのが好ましい。

【0074】

なお、焼結雰囲気は、焼結の途中で変化してもよい。例えば、最初に $1 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torrの減圧（真空）下とし、途中で前記のような不活性ガスに切り替えることができる。

また、焼結は、2段階またはそれ以上で行ってもよい。例えば、焼結条件の異なる1次焼結と2次焼結を行うことができる。この場合、2次焼結の焼結温度を、1次焼結の焼結温度より高い温度とすることができる。

上記のようにして得られた成形体は、いかなる目的で用いられるものであってもよい。

【0075】

以上のようにして得られる成形体の相対密度は、その用途等により異なるが、例えば、93%以上であるのが好ましく、95%以上であるのがより好ましい。

また、成形体の空孔率は、特に限定されないが、7vol%以下であるのが好ましく、5vol%以下であるのがより好ましい。空孔率が7vol%を超えると、機械的強度が低下する場合がある。

【0076】

以上、本発明について、好適な実施形態に基づいて説明したが、本発明はこれらに限定されるものではない。

例えば、前述した実施形態では、第1の造粒粉末の粒径を均一化する処理として、第2の工程を有するものとして説明したが、第2の工程と同様の処理を第2の工程の後に1回以上行ってもよい。すなわち、第1の造粒粉末の粒径を均一化する処理として、第2の工程のほかに、第3、第4・・・の工程を有していてもよい。これにより、得られる造粒粉末の粒径のバラツキをより抑えることができる。この場合、第2の工程と第3の工程との間や、第3の工程と第4の工程との間など、粒径の均一化のための工程同士の間には、任意の処理を行うことができる。

【0077】

また、第1の工程から第2の工程への移行時には、処理温度などの各種条件や、スプレーノズル40からスプレーノズル50の動作切換などは、連続的または断続的であってもよい。

また、前述した実施形態では、第1の工程にてバインダ溶液のみを噴霧し、第2の工程にて溶媒のみを噴霧したが、第1の工程にてバインダ溶液とは別途溶媒を若干量噴霧してもよく、また、第2の工程にて溶媒とは別途または混合してバインダ溶液を若干量噴霧することも可能である。その際、第1の工程における溶媒の噴射量は、バインダ溶液による造粒作用を妨げない範囲内とし、また、第2の工程におけるバインダ溶液の噴霧量は、得られる第2の造粒粒子中のバインダ量が目的とするバインダ量を超えないような範囲内とする。

【0078】

また、前述した実施形態では、第1の造粒粉末を製造した後、これを処理して第2の造粒粉末を得たが、第1の造粒粉末は予め用意されたものであってもよい。

また、前述した実施形態では第1の造粒粉末を転動流動させることにより第2の造粒粉末を得たが、第2の工程において第1の造粒粉末を転動および/または流動させることにより第2の造粒粉末を得ることができる。

【0079】

また、本発明の造粒粉末の製造方法に用いる装置は、前述した実施形態のものに限定されない。

例えば、流動層容器（容器）は、前述した実施形態で説明したような形状のものに限定されず、上部側が円筒状、下部側が円錐筒状のものであってもよい。

また、前述した実施形態では、バインダ溶液の供給位置と溶媒の供給位置とが同一であったが、これに限定されず、バインダ溶液や溶媒の供給位置が互いに異なってもよい。また、バインダ溶液や溶媒の供給位置は、それぞれ、流動層容器（容器）の上部に限らず、例えば、バインダ溶液や溶媒は、流動層容器の下部から気流とともに供給してもよいし、流動層容器の側面から供給してもよい。

【0080】

また、前述した実施形態では第1の工程と第2の工程とを同一装置で行ったが、第1の工程と第2の工程とを別装置で行ってもよい。例えば、第1の工程に用いる装置としては、押出造粒機、攪拌造粒機、流動造粒機、複合型造粒機、転動造粒機、圧縮造粒打錠機、解砕造粒機、噴霧乾燥造粒機などを用いることができる。また、第2の工程に用いる装置としては、例えば、攪拌造粒機、流動造粒機、複合型造粒機、転動造粒機などのような形態の装置を用いることができる。

【実施例】

【0081】

[1] 造粒粉末の製造

（実施例1）

原料粉末としては、表1に示すような、粒度分布および平均粒径を有する、ステンレス鋼（SUS316L）粉末（エプソンアトミックス（株）製、真密度：7.95 g/cm³）を用意した。

【0082】

【表1】

表 1

粒度分布						平均粒径 D50
~5 [μm]	5~10 [μm]	10~20 [μm]	20~30 [μm]	30~40 [μm]	40~ [μm]	
31.2%	34.3%	24.7%	6.3%	2.3%	1.2%	7.59 μm

【0083】

一方、以下のようにして、バインダ溶液を調製した。まず、バインダとしてポリビニルアルコールPVA-117（（株）クラレ製）、溶媒としてイオン交換水を用意した。ポリビニルアルコール3.0重量部をイオン交換水97.0重量部に混合、加熱溶解した後、室温まで冷却することにより、バインダ溶液を得た。

次に、図1に示すような造粒装置の流動層容器内に原料粉末を入れた。流動層容器の下部から90の空気を0.41 m/秒で導入（噴出）させるとともに、ロータを周速度0.59 m/秒で回転させることで、原料粉末を転動流動させた。

【0084】

その状態で、流動層容器の上部に設けられたスプレーノズルからバインダ溶液を6 g/分の供給速度で噴霧することにより第1の工程を行った。また、第1の工程の処理時間は

、15分間であった。これにより第1の造粒粉末が得られた。

第1の工程の後、造粒流動装置の動作条件を変更した第2の工程を行うことにより、第1の造粒粉末の粒径を均一化して、第2の造粒粉末を得、これを最終的な造粒粉末とした。第2の工程は、流動層容器の下部から90の空気を0.69m/秒で導入(噴出)するとともに、ロータを周速度1.01m/秒で回転させることで、原料粉末を転動流動させつつ、流動層容器の上部に設けられたスプレーノズルから溶媒を10g/分の供給速度で噴霧することにより行った。また、第2の工程の処理時間は、31分間であった。

【0085】

(実施例2)

第2の工程において溶媒の供給を液滴添加により行った以外は、実施例1と同様にして造粒粉末を製造した。

(実施例3)

第1の工程と第2の工程との間に第1の造粒粉末を乾燥する乾燥工程を有する以外は、実施例1と同様にして造粒粉末を製造した。

ここで、乾燥工程は、バインダ溶液の噴霧のためのスプレーノズルと溶媒の噴霧のためのスプレーノズルとの双方を停止した状態で、流動層容器の下部から90の空気を0.41m/秒で導入(噴出)させるとともに、ロータを周速度0.59m/秒で回転させることで、第1の造粒粉末を転動流動させることにより行った。

【0086】

(実施例4)

第2の工程において溶媒の供給速度を徐々に低下させた以外は、実施例1と同様にして造粒粉末を製造した。

ここで、溶媒の供給速度を、第2の工程開始から10分間では12g/分とし、その後10分間では10g/分とし、その後10分間では8g/分とした。

(実施例5)

分級処理により、表2に示すような粒度分布および平均粒径に調整された粉末を原料粉末として用いた以外は、実施例1と同様にして造粒粉末を製造した。

【0087】

【表2】

表 2

粒度分布						平均粒径 D50
~5 [μm]	5~10 [μm]	10~20 [μm]	20~30 [μm]	30~40 [μm]	40~ [μm]	
1.0%	8.3%	33.9%	24.3%	12.9%	19.6%	21.87μm

【0088】

(実施例6)

まず、バインダとしてポリビニルピロリドンPVP(BASF(株)製)、溶媒としてイオン交換水を用意した。ポリビニルピロリドン2.0重量部をイオン交換水98.0重量部に混合、加熱溶解した後、室温まで冷却することにより、バインダ溶液を得た。図3に示す造粒装置の転動層容器内に原料粉末を入れた。ロータを周速度0.59m/秒、クロススクリーを周速度1.0m/秒で回転させ、原料粉末を転動させた。

その状態で、転動層容器上部に設けられたスプレーノズルからバインダ溶液を50g/分の供給速度で噴霧することにより第1の工程を行った。また、第1の工程の処理時間は、15分間であった。これにより第1の造粒粉末が得られた。

【0089】

第1の工程の後、造粒流動装置の動作条件を変更した第2の工程を行うことにより、第1の造粒粉末の粒径を均一化して、第2の造粒粉末を得、これを最終的な造粒粉末とした。第2の工程は、ロータを周速度0.59m/秒、クロススクリーを1.0m/秒で回

転させることで、原料粉末を転動させつつ、流動層容器の上部に設けられたスプレーノズルから溶媒を100g/分の供給速度で噴霧することにより行った。また、第2の工程の処理時間は、13分間であった。

【0090】

(比較例)

第2の工程を省略し、第1の造粒粉末を最終的な造粒粉末とした以外は、実施例1と同様にして造粒粉末を製造した。

以上の結果を表3にまとめて示す。

【0091】

【 表 3 】

原料粉末 平均粒径 [μm]	第2の工程		乾燥工程	第1の造粒粉末				第2の造粒粉末			
	溶媒の 供給方法	溶媒の 供給速度		平均粒径 [μm]	粒径の 標準偏差 [μm]	見掛密度 [g/c.c.]	流動度 [sec/50g.]	平均粒径 [μm]	粒径の 標準偏差 [μm]	見掛密度 [g/c.c.]	流動度 [sec/50g.]
実施例 1	噴霧	10g/分	なし	43.0	13.79	3.79	18.31	47.0	13.93	4.71	14.23
実施例 2	液滴添加	10g/分	なし	72.0	20.79	3.79	18.31	51.0	14.82	4.65	14.74
実施例 3	噴霧	10g/分	あり	63.0	18.97	3.79	18.31	48.0	13.85	4.88	15.01
実施例 4	噴霧	12g/分 →8g/分	なし	92.0	26.93	3.79	18.31	45.0	13.43	4.82	15.13
実施例 5	噴霧	10g/分	なし	51	13.47	2.10	33.19	70	18.59	2.16	32.43
実施例 6	噴霧	100g/分	あり	76	20.69	1.98	34.86	67	17.75	2.14	33.26
比較例	-	-	なし	71	20.50	3.82	18.78	-	-	-	-

表 3

【 0 0 9 2 】

10

20

30

40

50

表3から明らかなように、各実施例（本発明）の造粒粉末は、粒度分布が非常にシャープであった。これに対し、比較例では、満足な結果が得られなかった。

【図面の簡単な説明】

【0093】

【図1】本発明の造粒粉末の製造方法において用いられる造粒装置の構成の一例を示す模式図である。

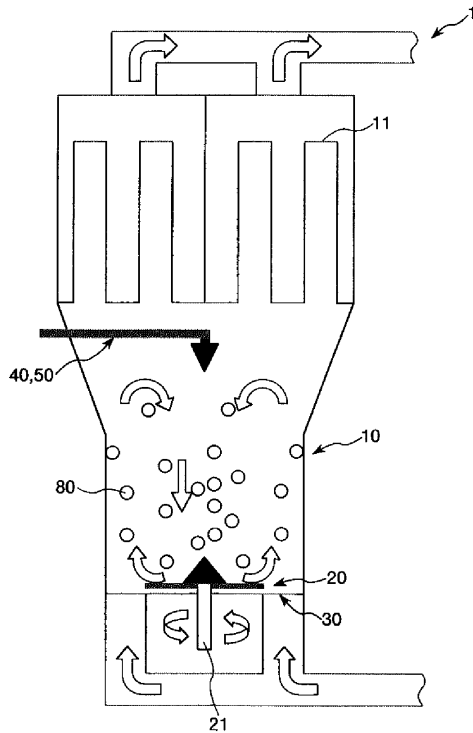
【図2】本発明の造粒粉末の製造方法を説明するための図である。

【符号の説明】

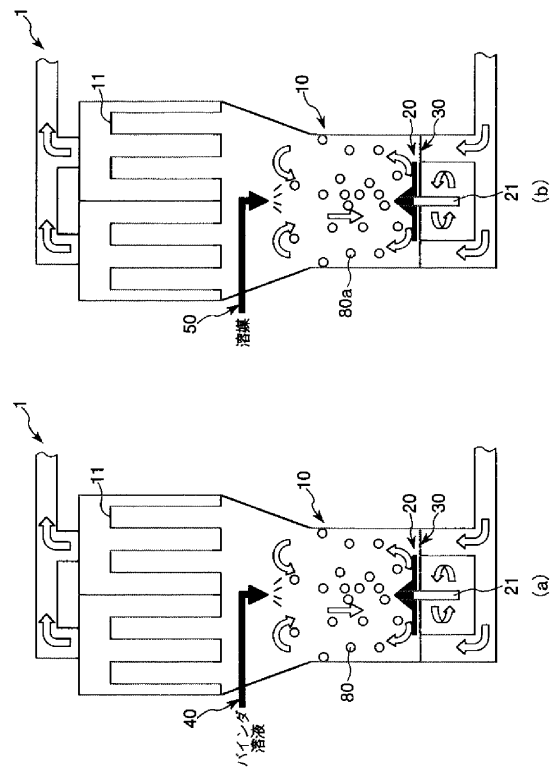
【0094】

- 1 ... 造粒装置
- 10 ... 流動層容器
- 11 ... フィルターシステム
- 20 ... ロータ（攪拌手段）
- 21 ... 回転駆動軸
- 30 ... 通気部
- 40 ... スプレーノズル
- 50 ... スプレーノズル
- 80 ... 原料粒子
- 80a ... 第1の造粒粒子

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開2000-327431(JP,A)
特開2004-131815(JP,A)
特開昭50-41779(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B01J 2/28
B01J 2/16
B22F 1/00