Fe-Zn系投射材料による メカニカルプレーティングに関する二、三の実験

逢坂 智博*, 長野 泰久*, 渡辺 正次*

A Few Experiments on Mechanical Plating Using Fe-Zn System Ejection Powder

Tomohiro OSAKA*, Yasuhisa NAGANO* and Masatsugu WATANABE*

In the mechanical plating using Fe-Zn system ejection powder (Z-iron), repeated use results in finer particle size, and to maintain high deposit density on a continuous basis, it is necessary to bleed out the fraction of the powder that has a detrimental effect on plating efficiency.

In this study, the plating densities of various mixtures were evaluated in order to determine effective bleeding methods. The principal results obtained are as follows :

- (1) The deposit density obtained by ejecting a fresh mixture of ZZ-48 and ZZ-48H powder is greater than that expected from a simple sum of the deposit densities of ZZ-48 and ZZ-48H.
- (2) Ejection of ZZ-48 after ZZ-48H results in a slightly lower deposit density than ejecting ZZ-48H after ZZ-48.
- (3) The dust fraction produced during pulverization of ZZ-48H greatly reduces the deposit density of fresh Z-iron.
- (4) The presence of magnetics portion of -60 mesh fraction resulting from repeated ejection was detrimental to plating efficiency.
- (5) Powder that has detrimental due to ejection can recover its deposit plating efficiency with thermal treatment.

Key Words : Bleeding, Mixture, Successive Ejection, Thermal Treatment

1. はじめに

Fe-Zn系投射材料（以下「Zアイアン」と称する）を投射材料として用いるメカニカルプレーティングにおいて、投射材料を繰り返し使用することにより、Zアイアンの粉化が進行し、継続的に高付着量を維持するためには循環使用するZアイアン中の付着効率を阻害する部分を系外に除去する必要がある。メカニカルプレーティングにおける投射に望ましくないフラクシオンの除去や新しいZアイアンの補給は、日常の操業に基づいて経験的に行っているのが現状であるが、これらの除去や補給条件も実験結果に基づいて決定することが合理的であることは言うまでもない。

本研究では、特に投射材料のブリーディングに注目し、その方法決定に資するため、各種混合材料を調製して投射材料に供し、付着効率を阻害する因子の検討を行った。

2. 実験方法

2.1 Zアイアンの調製

本試験で用いたZアイアンのうちZZ-48の調製は、熔融重鉛中に所定粒度の鉄粉を重量比で1:1になるように添加し、固化を防ぎつつ適当な時間、かく拌・混合し、鉄粒子表面を合金化させた後、炉外に取り出し解粒、篩

分けして調製する方法で、基本的には既報¹⁾で述べたものと同様である。なお、ZZ-48の組成は既報¹⁾に述べたものと同一である。

これに対し、ZZ-48Hの調製には内径800mmφ、長さ800mmのドラム型回転炉を用い、これに100kgのZZ-48を挿入し、炉を3rpmの速度で回転しながら、昇温速度16℃min⁻¹で加温した。炉の測温は炉中央部に熱電対を挿入して行った。温度が400℃に達した後10分間保持した後3℃min⁻¹の速度で冷却し、炉温50℃に達した後は炉外に取り出し、その後は自然放冷した。生成したZZ-48Hの粒度分布を表1に示す。表に見られるように粒度的には-22+60meshが重量で98%を占めるものであり、見かけ密度は3.58のものであった。

2.2 投射実験

投射実験はエアースラスト方式で投射圧力5kg/cm²、投射距離145mmの条件で行ったが、その方法については既報¹⁾に詳述したのでここでは省略する。

ZZ-48とZZ-48Hの混合は筒井理化学機械(株)製ミクロ形透視式混合器Ⅲ型を40rpmで5分間運転して行った。

投射材料としてはZZ-48Hを所定回数パルベライザーで粉碎し、ダストを除去したもの、あるいは除去後再度ダストを混合調整したもの、さらには所定粒度の産物を磁選分離し、得られた産物をそのままあるいは必要に応じて他の産物を混合して使用した。パルベライザーによる粉碎方法については前報²⁾に詳述したので、ここでは省略する。

* 同和鉄粉工業(株) (〒702 岡山県岡山市築港栄町7番地)
Dowa Iron Powder Co., Ltd. (7, Chikko-Sakaemachi,
Okayama-shi, Okayama 702)

Table 1 Apparent density and size distribution of ZZ-48H used in the present study.

Apparent density (g/cm ³)	Particle size (mesh)						
	+22	+22-30	+30-42	+42-50	+50-60	+60-83	-83
	Weight (%)						
3.58	0.1	19.9	44.4	23.1	10.6	1.8	0.1

3. 実験結果および考察

3. 1 ZZ-48およびZZ-48Hの混合使用が付着量に及ぼす影響

前報¹⁾に示したようにZZ-48およびZZ-48Hのメカニカルプレーティングにおける付着特性は相互にかなり異なる。したがってこれら2種類のZアイアンを混用した場合、付着量にどのような影響が現れるかを検討することは重要と考えられる。

まずZZ-48およびZZ-48Hを1パッチの投射量が500gになるように所定割合で混合した。実験結果を図1に示す。縦軸には付着量をまた横軸には混合比をとって図示してある。新しいZZ-48およびZZ-48Hの混合物の投射によって得られた付着量は、ZZ-48またはZZ-48H単独投射の付着量の加成性から予測されるよりも大であった。ZZ-48H混合率の全領域で大きくなっており、特にZZ-48H混合率30wt%において計算値からの背違は最大であった。一方混合粒子を繰り返し投射する実験結果の一例として、5回目の投射時の付着量に及ぼす初期混合比率の影響を図1に併せ示す。図に明らかなように5回の繰り返し投射により新しい混合試料で見られたような加成性直線からの背違は大幅に減少していることが分かる。

次に全投射量を500gの一定とし、ZZ-48H投射後に同

じ供試鉄板上に、つづいてZZ-48を投射するか、あるいはZZ-48投射後にZZ-48Hを投射して、付着量を測定する実験を図2に示す。ZZ-48投射後にZZ-48Hを投射した場合の付着量は、逆にZZ-48H投射後にZZ-48を投射した場合のそれに比して、わずかながら全投射量比において大であった。前報¹⁾に述べたように、ZZ-48Hを投射した場合の付着量はZZ-48のそれに比してかなり大である。それにもかかわらず、ZZ-48H皮膜上にZZ-48Hを投射した場合の付着量は、逆順序で2種類のZアイアンを投射した場合のそれより小さい結果が得られたが、この事実はZZ-48Hによる付着皮膜と基体試料との結合はZZ-48のそれに比してわずかに弱く、ZZ-48H投射後にZZ-48を投射することにより、皮膜の一部がはく離されたとも考えられる。しかし上述の2つの場合の付着量はいずれもZZ-48およびZZ-48H単味の付着密度の加成性から予測される値に近い。しかし、例えばZZ-48を100g投射し、つづいてZZ-48Hを400g投射した場合の付着量は、ZZ-48を100g投射した場合の付着量と、ZZ-48Hを400g投射した場合の付着量の和として求めた付着密度より遥かに大きいものである。

3. 2 投射材料から分離したフラクションと新しいZZ-48Hとの混合が付着量に及ぼす影響

ZZ-48Hをパルベライザーで15回粉碎し、図3に示し

Fig. 1 Effect of mixing ratio of ZZ-48 and ZZ-48H on deposit density.

Fig. 2 Effect of successive ejection of two Z-iron on deposit density.

Fig. 3 Flowsheet for the separation of ZZ-48H after the pulverization of the 15th cycle and the mass balance of the products.

た系統図に従って粉碎産物を60meshで篩別し、-60 meshフラクションを回収する。粉碎に際し生成するダストは粉碎のつど系外に除去する。このようにして回収した-60meshフラクションを新しいZZ-48Hと混合比率を変えて投射材料を調製し、付着量を測定した。図4は投射実験結果を示す。図に明らかなように、新しいZZ-48Hのみを投射して得られる付着量は $364\text{mg}/\text{dm}^2$ であるのに対し、-60meshフラクションのみでは $534\text{mg}/\text{dm}^2$ であった。この-60meshフラクションと新しいZZ-48Hを所定割合で混合した場合には新しいZZ-48Hの混合割合が増すにつれて付着量は単調に減少する。しかし新しいZZ-48H混合率50%以上の領域ではZZ-48Hのみおよび-60meshフラクションのみを投射した場合の付着量の加成性を示す線から上側に背達している。この結果はZZ-48Hと-60meshフラクションの混合粉の投射には両者の協同効果の存在が考えられる。付着量の最大増加はZZ-48Hの混合率70%において認められたが、同様な共同効果は前述のようなZZ-48とZZ-48Hとの混合投射の場合にも観察された。すなわちZZ-48Hより付着量の低いZZ-48をZZ-48Hに混合する場合、その混合率70%で最大付着量の増大が認められた。このような共同効果の合理的な説明は現段階では得られていないが、上述のようにZZ-48Hと-60meshフラクションの混合投射材ならびにZZ-48とZZ-48Hで見られたような付着量の最大増加がみられる混合割合の一致は興味深い。

次に粉碎によって生じるダストをそのつど除去しながらパルベライザーで15回粉碎を行い、42meshで篩別し、+42meshフラクションを図5に示した系統図に従って210gaussで磁選を行う。+42meshの非磁着物と-42meshを混合し、その混合物と新しいZZ-48Hとを種々

Fig. 4 Effect of mixing ratio of fresh ZZ-48H to the -60 mesh fraction after the pulverization of 15th cycle on deposit density.

の割合で混合し、投射実験に供した。実験結果を図6に示す。ZZ-48Hの混合率10wt%および20wt%でZZ-48H無添加の場合よりわずかに低い付着量を示すが、全測定点のパラッキから判断して、ZZ-48H含量の増大とともに単調増加するといえよう。

一方、投射の際に生ずるダストを循環使用した場合、その存在が付着量に及ぼす影響について検討するため、パルベライザーで5回粉碎を繰り返し、粉碎のつど生成されたダストを捕集すると給鉱ZZ-48H重量の6.7%がダストとして回収される。このダストとZZ-48Hの粉碎産物とをよく混合し、投射すると付着量として $283\text{mg}/\text{dm}^2$ が得られる。このダストを除去した粉碎産物のみを投射した場合の付着量は $463\text{mg}/\text{dm}^2$ であり、新しい

Fig. 5 Flowsheet for the separation of ZZ-48H after the pulverization of the 5th cycle and the mass balance of the products.

Fig. 6 Effect of mixing ratio of fresh ZZ-48H to the mixture of the non-magnetics of the +42mesh fraction and the -42mesh fraction after the pulverization of the 15th cycle on deposit density.

ZZ-48Hのそれは 365mg/dm^2 に比べてもかなり低くなっていることが分かる。ちなみに上述の混合産物の品位は ZZ-48Hと同じであるが、重量でわずかに 6.7% のダストを含むだけで付着量は大きく減少し、投射効率を阻害するため、ダストフラクションの循環使用は避ける必要があろう。しかし前報²⁾に述べたように、ダスト中の Zn 含量は大であるので、投射試料中に繰り返し循環使用するよりは酸化の進行しているダスト中の微細部分を除去して、残部を亜鉛源として再利用することも考えられる。

次に、ZZ-48Hを一度バルベライザーで粉碎し、ダストを除去した後 +42mesh を 210gauss で磁選し、磁着

分を投射すると、付着量として 325mg/dm^2 であった。ZZ-48Hそのものの付着量は 365mg/dm^2 であり、末粉碎の ZZ-48Hの +42mesh フラクシオンの磁着物のそれは 348mg/dm^2 であり、粉碎後であっても 1 度程度のそれは大きく変化していない。ZZ-48Hを調製時に用いた鉄粒子の粒度は -42+60mesh であり、それより粒度の大きい +42mesh では磁着物であっても Zn 含量が大であり、従って合金層の厚さも細粒部より大きいと考えられることから妥当な結果といえよう。

3. 3 Z アイアンの篩別産物を用いた投射実験

ZZ-48 および ZZ-48H を篩別し -22+30, -30+42, -42+50 および -50+60mesh フラクシオンを回収し、それぞれの粒度フラクションを投射実験に供した。実験結果を図 7 に示す。

ZZ-48 についてみれば、付着量は繰り返し投射とともに急激に減少し、約 5 回の繰り返し投射により、それ以降はほぼ一定の付着量を示すようになる。一方 ZZ-48H では本実験の範囲では対応する ZZ-48 の粒度別フラクションより大きい付着量が得られ、繰り返し投射による付着量低下の程度も緩やかである。両 Z アイアンとも -22+30mesh フラクシオンの繰り返し投射による付着量の値およびその低下傾向は -30+42mesh のそれらとほぼ同じであることが図 7 から明らかである。なお一般的な傾向としては粒度の小さいフラクションを投射した場合に大きい付着量が得られる。

さらに ZZ-48H について、10 回繰り返し投射を行った後の -50+60mesh ならびに -30+42mesh フラクシオンをそれぞれ 500℃ で 10 分間再熱処理を施し、再度繰り返し投射実験に供した。投射実験の結果を図 8 に示す。図に明かなように調製直後の ZZ-48H の篩別産物を投射した際の付着量が再熱処理により回復している³⁾。著

Fig. 7 Deterioration of Z-iron by repeated use.

Fig. 8 Recovery of deposit density of the -50+60mesh fraction and -30+42mesh fraction of ZZ-48H by repeated thermal treatment at 500°C for 10min.

者らは前報¹⁾において、高付着量を得るためにはZアイアの合金層のHv硬度が適当な範囲内にある必要があることを示した。またZnとFeとの合金化が進むとHv硬度は大きくなることも分かっている。このことはZアイア粒子中の鉄核の近傍のHv硬度は周辺部分に比べ高いはずである。もし鉄核が各粒子の中心にのみ存在するのであればHv硬度は繰り返し投射回数が増大とともに単調増加するはずである。しかし付着効率が低下したZアイアを再熱処理すると付着効率が大きく改善されるという実験事実は、Zアイアの調製に際し固化した鉄粒子を含むZn-Fe熱処理品を粉砕する際に、鉄核とZn-Fe合金の境界で粉砕が起きている可能性を示唆している。この点に関して、著者らは熱処理前後でのZアイアの形状について調べた。図9に熱処理前後のそれ

のSEMによる形状観察の結果を示すが、繰り返し投射により球形になっていた粒子が、熱処理により角張っていることが分かる。いずれにしろ繰り返し投射により付着効率が劣化したZアイアの再熱処理は付着効率の改善に大いに役立つ。

4. 結 論

(1) ZZ-48およびZZ-48Hの混合試料を投射すると、ZZ-48およびZZ-48Hをそれぞれ単味で投射して得られる付着量の加成性から予測されるより大きい付着量を示す。これは両者の混合により協同効果が現れたことと理解できる。最大の付着量の増加はZZ-48H混合率30wt%において得られる。

(2) ZZ-48H投射時にZZ-48をつづいて投射すると、逆順

Fig. 9 SEM micrographs of the particle shape ZZ-48H before and after the repeated thermal treatment.

序で投射した場合より、わずかではあるが小さい付着量を示す。しかし両ケースとも加成性則を仮定した計算値に比較的近いものである。

(3) 投射時に生成されるダストを回収し新しいZアイアンに混合して投射することは、投射効率を大きく減ずる。
 (4) 繰り返し投射より生ずる-60meshフラクションの磁着物を投射した際の付着量は低く、このフラクションを新しい投射材料中に混合させることは望ましくない。
 (5) 繰り返し投射により付着効率が低下したZアイアンは再熱処理により回復することができる。この熱処理効果はZアイアンの粗粒部分で一層顕著である。

謝 辞

本研究を発表するにあたり、発表の許可を与えられた同和鉄粉工業(株)神野孝行社長に対し、深甚の謝意を表す。

(1992-12-4 受理)

文 献

- 1) 逢坂智博, 長野泰久, 渡辺正次; 表面技術, 42, 799 (1992)
- 2) 逢坂智博, 長野泰久, 渡辺正次; 表面技術, 43, 829 (1992)
- 3) 同和鉄粉工業(株); 出願番号平4-19336 (1992)