

超音速多孔旋回噴流方式コンファインド気流噴霧法による 超合金微粉末の製造

佐藤 義智*・井手 英暉*・古田 誠矢*²・松下 富春*²

Production of Superalloy Powders by means of Confined Design Gas Atomization with Supersonic, Multiple Discrete and Swirl Jets

Yoshitomo SATOH, Hideaki IDE, Seiya FURUTA and Tomiharu MATSUSHITA

Synopsis : For developing a fine superalloy powder production process, a steelmaking pig iron instead of the superalloy as atomizing metal was selected from reasons of economy and availability, and effects of some gas jet streams of a confined design gas atomization on mass median particle diameter of the iron powder were studied. The application of streams of swirl jet, multiple discrete jets and supersonic jet to the atomization was more effective for disintegration of the iron melt. In addition, the disintegration phenomena were observed using a video camera and the atomization mechanism was discussed.

On the basis of these results, a confined design gas atomization process with supersonic, multiple discrete and swirl jets was developed. By using this process, a fine Co based superalloy powder of about 30 μm in mass median particle diameter was produced.

Key words : fine metal powder ; confined design gas atomization ; superalloy ; supersonic jet ; multiple discrete jets ; swirl jet.

1. 緒言

超合金粉末はガスタービンディスクや溶射材料として用いられ、材料特性の向上および製造コストの低減の両面から種々の検討がなされている¹⁾²⁾。最近では、介在物寸法の低減および機械的特性の向上のため、粒子径が数 $10\mu\text{m}$ 以下の微粉末が多く使用されている³⁾。超合金粉末を工業的に製造する方法としては、気流噴霧法、遠心噴霧法および真空噴霧法が知られている。これらの方法は溶融合金を粉化するため、それぞれ、高圧気体噴流、回転力および真空中への溶解水素の放出圧力を利用する噴霧法である。これらのうち、遠心噴霧法は使用する高速モーターの能力に限界があるため、得られる超合金粉末は粗く、平均粒径は数 $100\mu\text{m}$ である。また、真空噴霧法は比較的に微細な $50\sim70\mu\text{m}$ の超合金粉末が得られる方法であるが、水素を使用する特殊な方法である。気流噴霧法は真空噴霧法とほぼ同じ粒径の超合金粉末が得られる方法で、工業的にもっとも広く用いられている⁴⁾。気流噴霧法には、Fig. 1に示すように、コンファインド方式とフリーフォール方式の2つの方式がある。このうちコンファインド方式気流噴霧法^{1)4)~6)}は拘束された溶融合金流に近接したノズルからの気体噴流により噴霧する方法であるため、微粉末が得られやすい。しかし、この方式での粉末の粒子径におよぼす気体噴流特性や操業条件

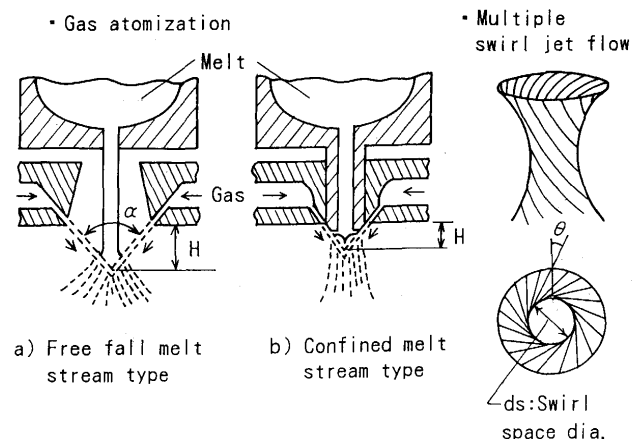


Fig. 1. Gas atomization methods and swirl jet flow.

の影響および微粉化機構についてはまだ十分にはわかっていない。

そこで本報では、コンファインド方式気流噴霧法を対象に、溶融合金の微粉化におよぼす噴流の影響について実験的に検討した。従来、この方式では単一スリットノズルからの噴流が用いられていた¹⁾が、本研究では、とくにフリーフォール方式気流噴霧法で使用実績のある多孔ノズルからの噴流に注目した。この多孔ノズルは、粉化された溶融粒子の衝突合体を低減する旋回噴流および微粉化効果が大きいと言われている超音速噴流を比較的に容易に生み出せる

平成5年1月20日受付 平成5年9月10日受理 (Received on Jan. 20, 1993; Accepted on Sep. 10, 1993)

* (株)神戸製鋼所鉄鋼技術研究所 (Iron & Steel Research Laboratories, Kobe Steel, Ltd., 2-3-1 Niihama Arai-cho Takasago 676)

* 2 (株)神戸製鋼所開発実験センター (Technical Development & Testing Center, Kobe Steel, Ltd.)

特徴をもつ。また、この方式での溶融合金流の粉化状況を観察し、その粉化機構についても考察した。なお、これらの基礎的な噴霧実験では安価で、入手が容易であるという面から、超合金の代わりに製鋼用銑鉄を使用した。さらに、これらの結果をもとに開発した超音速多孔旋回噴流を用いたコンファインド気流噴霧法をCo基超合金の粉末製造に適用し、その微粉化効果についても実験的に検討した。

2. 実験方法

2・1 噴霧実験

用いた噴霧法はFig. 1に示すように、フリーフォール方式とコンファインド方式の2種類で、噴霧に用いた噴流気体はArである。実験条件および気体噴流ノズルの仕様を、それぞれTable 1およびTable 2に示す。ここで、 $(Po/Pb)^*$ はノズル出口マッハ数、 Me を発生するときの噴射気体圧力、 Po と雰囲気圧力、 $Pb (=0.1\text{MPa})$ の比で、適正膨張圧力比⁷⁾と呼ばれる。

製鋼用銑鉄(Fe-4.5%C:以降、銑鉄と呼ぶ)の噴霧実験では、25kgの銑鉄を大気下で1873Kに加熱溶解し、溶湯ノズル(ノズル径、2~5mm)を通して落下させ、得られた溶融銑鉄(以降、溶銑と呼ぶ)流を気体噴流(圧力3~13MPa)

により粉化する。このときの気体と溶融合金の流量比、 Ag/Mm は1.1~16.7Nm³/kgである。一方、Co基超合金(Co-32%Ni-21%Cr-6%Al-0.5%Y:以降、超合金と呼ぶ)の噴霧実験では、110kgの超合金を真空中1893Kで溶解し、溶湯ノズル径5mmを通した溶融合金流を Ag/Mm 、1.4~3.1Nm³/kgのもとで噴霧した。

粉末の粒度分布はふるい分け試験法(JISZ8815)により求めた。なお、平均粒径30μm以下のような微粉末の場合には、微粉側のふるい分けがきわめてむずかしくなるので、粉末の粒度分布を45μm以下の粉末の回収率{(-45μm粉末重量/回収粉末全重量)×100}で表した。

粉末の質量平均粒径(dm :以降、平均粒径と呼ぶ)と気体噴流の関係については、(1)式で表されるLubanskaの式⁸⁾が報告されている。なお、(1)式の K は噴霧ノズルおよび溶融合金流の状態で決まる常数で、合金の噴霧では40~50の値をとると言われている。噴流気体と溶融合金の物性、気体噴流速度と溶湯ノズル径を一定にすると、(1)式は(2)式で表される。

$$dm/D = K\{(1 + Mm/Mg)(\nu m/\nu g)(1/W)\}^{1/2} \quad (1)$$

$$= K' (1 + Mm/Mg)^{1/2} \dots\dots\dots (2)$$

ここで、 K と K' は常数で、 D は溶湯ノズル径、 Mm/Mg

Table 1. Experimental procedure and results of gas atomizing test.

Test No.	Type	Atomizer	Metal				Gas (Ar)		$dm \times 10^{-6}$ μm	Gas/metal flow ratio		K' by eq. (2)
			Compos. %	Temp. K	$D \times 10^{-3}$ mm	Weight kg/ch	Nozzle	Pressure Po , MPa		Ag/Mm Nm ³ /kg	Mg/Mm kg/kg	
3.1	Free fall	AIGA *	Fe alloy ***	1873	2	25	FFC-1	4.3~ 7.8	30~74	6.0~16.7	10.7~29.8	2.7×10^{-2}
							FFC-2	4.8~ 7.8	25~42	4.0~11.0	7.1~19.6	1.6×10^{-2}
							FFC-3	2.6~ 8.2	39~72	3.6~11.0	6.4~19.6	2.7×10^{-2}
							FFV-1	5.0~ 9.5	42~56	8.9~15.3	15.9~27.3	2.7×10^{-2}
3.2	Confined	AIGA *	Fe alloy ***	1873	5	25	CFCS-1	2.8~ 6.0	32~36	1.5~ 3.3	2.6~ 5.9	6.2×10^{-3}
							CFCM-1	2.9~ 6.2	23~49	1.1~ 3.0	2.0~ 5.4	6.2×10^{-3}
							CFCM-2	5.6~ 6.7	17~23	1.6~ 2.3	2.9~ 4.2	3.6×10^{-3}
3.3	Confined	AIGA *	Fe alloy ***	1873	4	25	CFCM-2	3.2~ 5.0	—	1.9~ 4.0	3.5~ 7.4	—
							CFCM-3	3.0~ 5.0	—	2.3~ 4.7	4.3~ 8.7	—
3.5	Confined	VIGA **	Co alloy ****	1893	5	110	FFV-1	9.2~10.2	45~72	1.6~ 3.1	2.9~ 5.5	9.2×10^{-3}
							CFCM-2	4.5~ 5.5	35~47	1.5~ 2.8	2.6~ 5.0	7.2×10^{-3}
							CFCM-3	4.9~ 5.6	28~36	1.4~ 2.3	2.5~ 4.2	5.6×10^{-3}

* AIGA : Air melting and gas atomizing plant

** VIGA : Vacuum melting and gas atomizing plant

*** Fe alloy : Fe-4.5%C

**** Co alloy : Co-32%Ni-21%Cr-6% Al -0.5%Y

Table 2. Specification of Ar gas atomizing nozzles.

Nozzle No.	Type	Shape of gas jet stream*	Jet swirl angle θ , rad	Swirl space dia. ds, mm	Jet apex angle α , rad	Height of apex H, mm	Throat dia. of nozzle dt, mm	Exit dia. of nozzle de, mm	Mach numb. at nozzle exit Me	Correct expansion ratio (Po/Pb)*
FFC-1	Free fall	M.D.J.(C)	0.00	0.0	0.35	85	1.5	1.5	1.0	2
FFC-2		M.D.J.(C)	0.18	5.2	0.35	85	1.5	1.5	1.0	2
FFC-3		M.D.J.(C)	0.36	10.2	0.35	85	1.5	1.5	1.0	2
FFV-1		M.D.J.(V)	0.00	0.0	0.35	113	1.5	3.6	4.0	105
CFCS-1	Confined	S.S.J.(C)	1.57	—	0.79	46	1.2	1.2	1.0	2
CFCM-1		M.D.J.(C)	0.00	0.0	0.79	46	1.2	1.2	1.0	2
CFCM-2		M.D.J.(C)	0.14	4.9	0.79	46	1.2	1.2	1.0	2
CFCM-3		M.D.J.(C)	0.14	4.9	0.79	46	1.5	2.6	3.0	32

* M.D.J. : Multiple discrete jets, S.S.J. : Single slit jet, C : Conical-shaped jet stream, V : V-shaped jet stream

は溶融合金と噴流気体の質量流量比, ν_m と ν_g はそれぞれ溶融合金と噴流気体の動粘度, W はウェバー数($=Vg^2 \cdot \rho_m \cdot D / \gamma_m$), Vg は気体噴流速度, ρ_m と γ_m はそれぞれ溶融合金の密度と表面張力である。

後述の平均粒径におよぼす各種噴流(旋回噴流, 多孔噴流, 超音速噴流)の効果については, 特定の噴霧条件のもとで, (2)式の K' (以降, 噴霧係数と呼ぶ)を用いて比較検討した。すなわち, 微粉末を高歩留まりで得られる, いわゆる大きな微粉化能力(以降, 粉化力と呼ぶ)をもつ噴流ほど, K' は小さくなる。

2・2 粉化状況の観察

超音速多孔旋回噴流ノズルCFCM-3 (Table 2)を用いたコンファインド気流噴霧法を対象に, まず溶銑を先行して流し, ついてAr気体を噴射させる方式で, 溶銑流の粉化状況をビデオで観察した。なお, 溶銑の粉化が定常状態に移行すると, 微粉末が大量生成するため観察は不可能になる。したがって, 粉化状況が把握できるのは溶銑の落下流出から約10sである。

3. 結果および考察

3・1 フリーフォール方式気流噴霧法での銑鉄粉末の粒子径におよぼす旋回噴流の影響

本章ではフリーフォール方式を対象に複数個の噴流を発生する多孔噴流ノズルについて, 溶湯ノズル径2mmでの溶銑の微粉化におよぼす旋回噴流の影響を検討した。用いたノズルFFC-2およびFFC-3は旋回噴流ノズルで, 旋回角度 θ (Table 2, Fig. 1)はそれぞれ0.18radおよび0.36radである。比較のため, 非旋回噴流ノズルFFC-1を用いた。これらのノズルはいずれも噴流が円錐形状である。さらに, 気体噴流がV形状となる非旋回噴流ノズルFFV-1 ($Me=4$)も比較のため使用した。

得られた粉末の平均粒径, dm と気体と溶銑の流量比, Ag/Mm の関係をFig. 2に示す。いずれのノズルにおいても Ag/Mm が大きくなると, dm は小さくなる傾向が認められる。

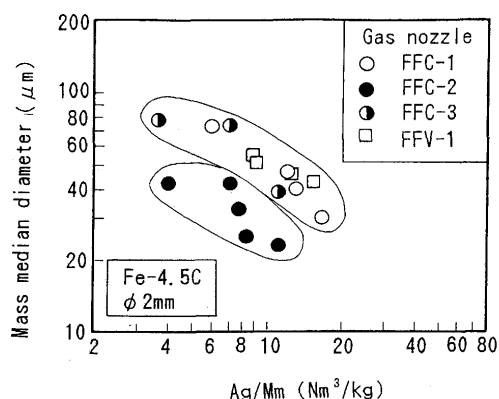


Fig. 2. Effects of swirl gas jet stream on particle size of powder.

また, 旋回角度の小さいノズルFFC-2を用いると, 溶銑の微粉化はもっとも進む。旋回角度の大きいノズルFFC-3の粉化力は非旋回噴流ノズルFFC-1とほとんど変わらない。一方, ノズル出口で超音速をもたせたノズルFFV-1の微粉化の能力はノズルFFC-1およびノズルFFC-3とほぼ同じである。ここで, 各種ノズルでの溶銑の粉化力を, Fig. 2に示すデータから導いた(2)式の噴霧係数, K' で比較した。得られた K' の結果をTable 1に示す。すなわち, ノズルFFC-1での粉化力は K' の値でみると, 他のノズルに比べて約1.7倍大きい。

なお, ノズルFFV-1では超音速噴流による粉化力が期待されたが, 結果は非旋回噴流ノズルFFC-1と同じであった。これはTable 2に示すように, 噴流速度の減衰に関する溶銑流と気体噴流との衝突点までの幾何学的な距離 H (ノズルFFC-1の場合, 他のノズルより約1.3倍長い)および噴流の形状(V字形, 非旋回)による影響と思われる。

溶銑の微粉化におよぼす旋回噴流の影響として, ①旋回噴流中の液滴が衝突合体しにくい効果, ②遠心力による粉化効果, ③旋回空間の生成に伴う気体噴流の粉化力の低下などが考えられる。②の効果は, 背圧をかけてノズルから噴出する液体自体を旋回させ, その遠心力を利用する旋回アトマイザーで研究されている⁹⁾¹⁰⁾。すなわち, 背圧を大きくして旋回させると液体の粉化が進む。旋回噴流ノズルFFC-2でも, 後述のFig. 8で観察された噴流の旋回に伴う溶銑流の旋回が推測される。したがって, ②の効果による粉化の進行が考えられる。一方, 同じ旋回噴流ノズルFFC-3のように, 旋回噴流による旋回空間径 ds (Table 2, Fig. 1)が大きくなると, 粉化力は下がり, 非旋回噴流と同じとなる。これは②による効果より, ③の影響が大きくなった結果と考えられる。なお, ①の効果については明らかにできなかった。

3・2 コンファインド方式気流噴霧法での銑鉄粉末の粒子径におよぼす多孔噴流および旋回噴流の影響

フリーフォール方式気流噴霧法で dm が約30 μm の銑鉄微粉末をつくるには, 3・1で述べたように, Ag/Mm を10 Nm^3/kg 以上に設定する必要がある。この Ag/Mm の値は通常操業の5~10倍となる。そこで, 本章では通常操業の Ag/Mm で微粉末が得られると言われているコンファインド方式を対象に, 溶銑の微粉化におよぼす多孔噴流および旋回噴流の影響について検討した。使用したノズルは多孔旋回噴流ノズルCFCM-2とスリット単孔旋回噴流ノズルCFC-1である。ここで, 噴流の旋回空間径, ds は3・1の結果より, 4.9mmを採用した。一方, この方式での旋回噴流の影響を検討するため, 多孔非旋回噴流ノズルCFCM-1を用いた。ノズルはすべて Me が1で, 得られる噴流の形状は円錐である。なお, 溶湯ノズル径は5mmである。

コンファインド方式の気流噴霧法では, 気体噴流ノズルから突き出す溶湯ノズルの相当長さ, Hn/D (以降, 突き

出し長さと呼ぶ) が溶融合金の粉化に大きく影響すると言われている¹⁾。ノズルCFCM-2を用いた場合の dm と Hn/D の関係をFig. 3に示す。噴射圧力が6.7MPaでは、 Hn/D が1.3のところで dm が最小値をとる。この関係は、2.8~6.7 MPaの噴射圧力の範囲では、他のノズルでもほぼ同じ傾向を示す。そこで、以降の実験では Hn/D を1.3とした。

噴霧実験の結果をFig. 4に示す。Ag/Mmが大きくなると、 dm は小さくなる傾向がある。さらに、多孔旋回噴流ノズルを用いると、スリット単孔旋回噴流ノズルより微細な銑鉄粉末 (Ag/Mmが $2 \text{ Nm}^3/\text{kg}$ で、 dm が約 $20 \mu\text{m}$) が得られる。多孔旋回噴流ノズルの粉化力は K' (Table 1) で比較すると、従来のスリット単孔旋回噴流ノズルより約1.7倍大きい。一方、多孔非旋回噴流ノズルの粉化力はスリット単孔旋回噴流とほぼ同じである。

多孔噴流の微粉化効果がスリット単孔噴流より大きい点について考察を試みたが、その理由を明らかにできなかった。ただし、スリット単孔噴流ノズルの場合は、ノズルの構造上から噴霧中に噴射気体の圧力や流れに変化がおきると、円周方向のスリット間隔に偏りができやすい。この場合気体噴流は不安定になるので、粉末の粒子径が大きくなる可能性が考えられる。

コンファインド方式の気流噴霧法でも、旋回噴流の効果

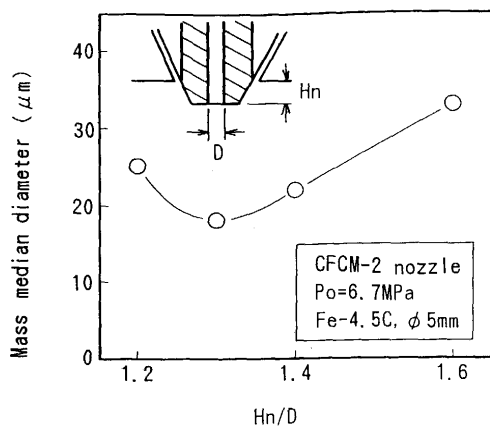


Fig. 3. Effects of length of metal nozzle pushed out gas nozzle on mass median diameter.

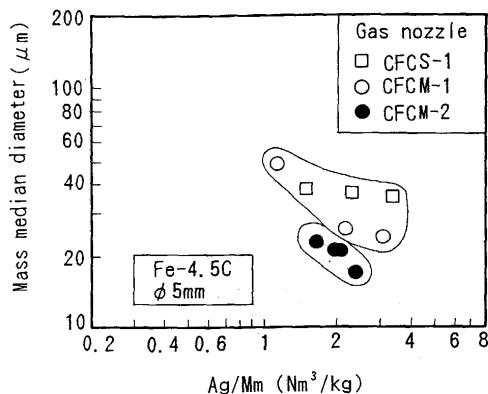


Fig. 4. Effects of multiple gas jet stream on particle size of powder.

が認められた。これは3・1で述べたように、フリーフォール方式と同様に②の遠心力による粉化効果によるものと考えられる。

3・3 コンファインド方式気流噴霧法での銑鉄粉末の粒子径におよぼす超音速噴流の影響

溶湯ノズル径が4 mmでの溶銑の微粉化におよぼす超音速噴流の影響を検討するため、コンファインド方式多孔旋回噴流ノズルを対象に $Me=3$ をもたせた超音速噴流ノズルCFCM-3を試作し、3・2で用いた $Me=1$ をもたせた音速噴流ノズルCFCM-2と比較した。なお、溶湯ノズル径(5 mm)が異なるが、比較のため、後述の3・5で述べる超合金での実験結果を併記した。

45 μm 以下の粉末回収率と気体噴射圧力の関係をFig. 5に示す。噴射圧力が $Me=3$ を発現する適正膨張圧力、3.2MPa [(Po/Pb)*=32] では、超音速噴流ノズルの粉化力は音速噴流ノズルと同じである。しかし、噴射圧力が適正膨張圧力より約1 MPa以上大きくなると、超音速噴流ノズルによる粉化の効果が顕著に認められ、その粉末回収率は音速噴流ノズルより約10%高くなる。このような現象は、溶湯ノズル径が異なるが、超合金の場合も同じように認められた。

以上から、超音速噴流による微粉化を効果的に促進させるには噴射圧力をノズルの適正膨張圧力比、(Po/Pb)*より大きくする必要がある。この点について、ノズル構造と超音速噴流特性の関係から考察をおこなう。望月ら⁷⁾は、スロート径、 $dt=1.5\text{mm}$ の単一ノズル ($Me=1\sim6$) からのAr気体噴流がセル状構造を示し、セルの長さ、 X_1/de と噴射圧力比、 Po/Pb の関係 (Fig. 6) を導いた。すなわち、 Po/Pb が大きいほど、 X_1/de が大きくなる。ここで、 de はノズル出口径で、 X_1, X_2, X_3 はノズルからの順に噴流の第1, 第2, 第3セルまでの長さである。本研究で用いたノズルCFCM-3は、Fig. 6に示した単一ノズルC1 ($Me=3, de=2.6\text{mm}$) を複数個集合させたものに相当する。ノズルCFCM-3では超音速により微粉化が促進されるのは Po/Pb が約42以上のときである。このときの X_1/de は5.0以上 (Fig.

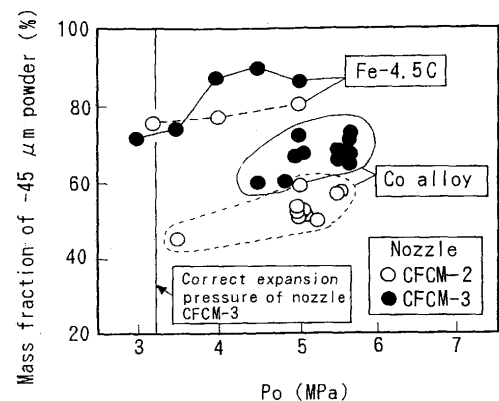


Fig. 5. Relation between particle size distribution of powder and gas pressure of plenum chamber.

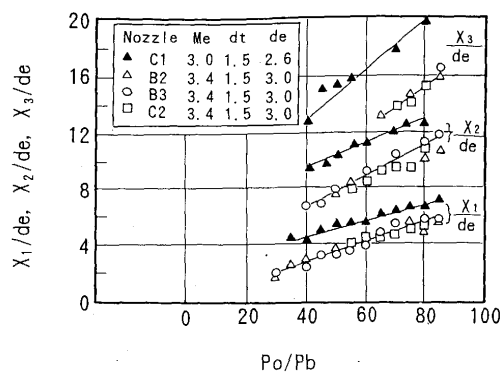


Fig. 6. Length of cell in supersonic jet.

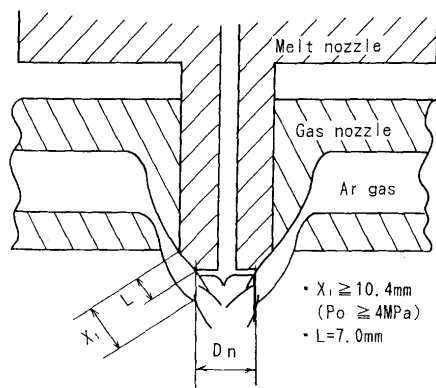


Fig. 7. Impact point of gas jet with metal stream and cell length for nozzle CFCM-3.

6)で、 d_e は2.6mmであるから、 X_1 は13mm以上となる。一方、CFCM-3のノズル出口から溶融合金フィルム流と気体噴流の衝突点までの距離 L はFig. 7に示すように、7.0mmである。この場合、 $L/X_1 \leq 0.54$ となる。

ここで、超音速噴流による微粉化の効果は、(1)式の関係により、 V_g が大きいほど大きくなることが予想される。超音速ノズルからの気体噴流はセル構造をとる。その速度は、ミクロ的にはセル内部で複雑な速度分布を示し、一方マクロ的にはノズルから離れるほど減衰する⁷⁾。すなわち、超音速噴流の V_g は、ノズルに近いセルで、セル内ではノズルに近いほど、大きいと推測される。したがって、超音速噴流による微粉化を効果的に進めるには、超音速噴流の第1セル内部のある位置で溶融合金流と衝突させることが重要であると考えられる。このような気液噴流の衝突位置は、 $Me=3$ をもたせたノズルの場合では $L/X_1 \leq 0.54$ が1つの目安になる。

3・4 コンファインド気流噴霧法での溶鉄の粉化状況

超音速多孔旋回噴流による溶鉄流の粉化状況をFig. 8に示す。①は気体がまだ噴射されない状態で、溶鉄流のみが溶湯ノズルから落下流出している状況である。溶鉄流の下部が若干変形するのが認められる。②は溶鉄の落下流出から約4s後で、気体が噴射しはじめる状況である。旋回噴流により溶鉄流が落下流出方向を変え旋回しながら分裂粉化されはじめる。③は溶鉄流が落下してから約6s後の状況で、

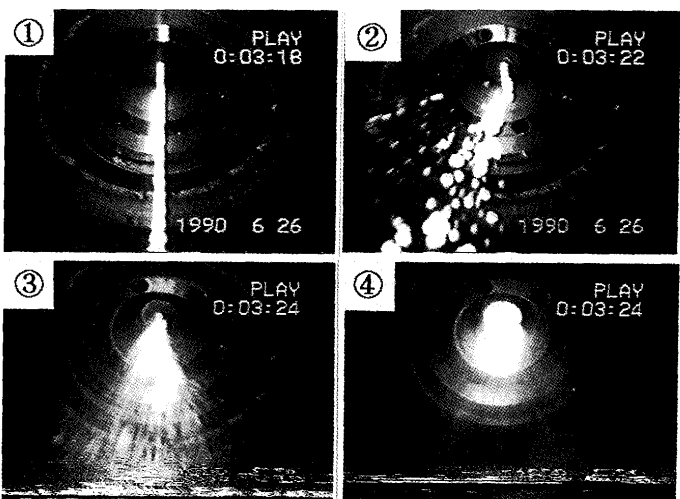


Fig. 8. Changes of disintegration of Fe-4.5%C alloy melt stream during confined design gas atomization.

気体噴射流量が所定量に達するため溶鉄の粉化がかなり進んでいる。すなわち、溶湯ノズルから円柱状で落下した溶鉄流が気体噴流との幾何学的な衝突点より上方でホローコーン¹¹⁾状に変形し、その外側から気体噴流により粉砕される。④は③から1s未満後の状況で、溶鉄流は溶湯ノズルの底面上を最外側端部にまでフィルム⁶⁾状に広がるのが認められる。なお、この直後に大量の微粉末が生成するため、粉化状況の観察は不可能になる。

以上の結果をもとに、コンファインド気流噴霧法による溶融合金の粉化機構を考察する。超音速多孔旋回噴流ノズルを用いたコンファインド方式気流噴霧法では、溶融合金流はいったんフィルム状に変形した後、気体噴流により粉化される。したがって、噴霧粉末の粒子径は溶融合金のフィルムの厚さに大きく影響をうけるものと考えられる。このような溶湯ノズル底面に広がる溶融合金のフィルム厚さ $t(m)$ は、(3)式で表される⁶⁾。

$$t = \{ \sigma m \cdot Q_m / (20 \cdot \rho m^2 \cdot g \cdot \pi \cdot D_n) \}^{1/3} \dots \dots \dots (3)$$

ここで、 Q_m は溶融超合金あるいは溶鉄の流量で、本研究ではいずれも7~15kg/min(溶湯ノズル径5mm)で、 D_n はフィルムが広がる溶湯ノズル底面の外径で、ここでは0.03mである。 σm と ρm は溶融合金の粘度と密度で、Table 3¹²⁾¹³⁾に示す。

本研究の条件では、(3)式より導かれる超合金の t は $3.5 \times 10^{-4} \sim 4.5 \times 10^{-4}m$ で、鉄鉄の t は $3.0 \times 10^{-4} \sim 3.8 \times 10^{-4}m$ である。いずれのフィルム厚さも粉末の平均粒径より10倍前

Table 3. Physical properties of metals¹⁴⁾¹⁵⁾.

Metal	Temperature K	Viscosity $\sigma m, kg/m \cdot s$	Specific gravity $\rho m, kg/m^3$	Kinematic viscosity $\nu m, m^2/s$	Surface tension $\gamma m, N/m$
Co alloy	1893	6.5×10^{-3}	7.7×10^3	8.4×10^{-7}	1.85
Fe-4.5%C	1893	3.0×10^{-3}	6.6×10^3	4.5×10^{-7}	1.65

後大きい。気体噴流による液膜の分裂モデルが^{2, 3}報告されている¹⁴⁾。本研究と同じ合金を用いた噴霧条件のもとで、 t を5および50 μm と仮定して、稲村らの液膜の分裂式¹⁴⁾により導いた平均粒径は、それぞれ7~13および38~41 μm であった¹⁵⁾。すなわち、溶湯フィルムの分裂モデルで試算した粉末の平均粒径は粉化される前のフィルム厚さとほぼ同じである。 t が数100 μm の場合も5および50 μm の場合と同じような関係にあるとすれば、溶湯フィルムの分裂で得られる本研究での粉末の平均粒径は噴霧粉末の平均粒径より10倍前後大きくなる。したがって、溶湯の粉化現象を溶湯フィルムの粉化(1次粉化)のみでは説明できない。すなわち、1次粉化された粒子は噴流中でさらに再粉化されることが示唆される。これらについては今後さらに検討が必要である。

すなわち、超音速多孔旋回噴流方式コンファインド気流噴霧法による粉化機構は、溶融合金流(溶湯ノズル径5mm)がフィルム(厚さ約400 μm)状に溶湯ノズル底面に広がる過程、ついでこのフィルムが溶湯ノズル端部で気体噴流により1次粉化される過程(粒子径約400 μm)、さらに超音速多孔旋回噴流中で1次粉化された溶融粒子が再粉化される過程(粒子径約30 μm)からなる。

3・5 超音速多孔旋回噴流方式コンファインド気流噴霧法による超合金微粉末の製造

3・1~3・3で述べたように、もっとも大きな微粉化効果を示したコンファインド方式超音速多孔旋回噴流ノズルCFCM-3($Me=3$)に注目し、このノズルを用い超合金の噴霧実験をおこなった。また、比較のため、コンファインド方式音速多孔旋回噴流ノズルCFCM-2($Me=1$)とフリーフォール方式超音速多孔噴流ノズルFFV-1($Me=4$)を用いた実験もおこなった。ノズルCFCM-3を用い、 Ag/Mm が2 Nm^3/kg (噴射圧力: 5 MPa, 溶湯ノズル径: 5 mm)の条件のもとで噴霧された超合金粉末の粒度分布をFig. 9に示す。平均粒径は約30 μm で、幾何標準偏差¹⁾は

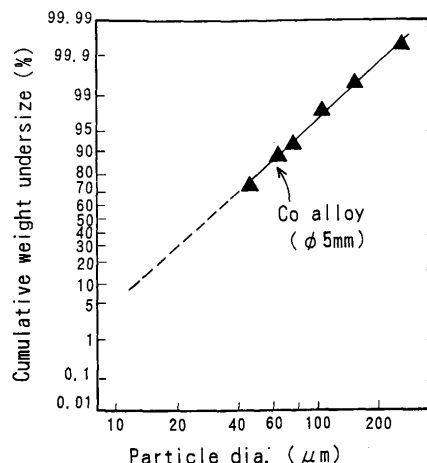


Fig. 9. Particle size distribution of superalloy powder.
(Nozzle CFCM-3, $P_o=5\text{MPa}$)

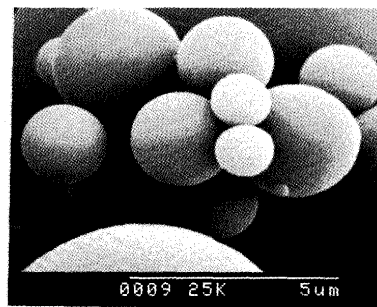


Fig. 10. SEM photograph of Co based superalloy powders.

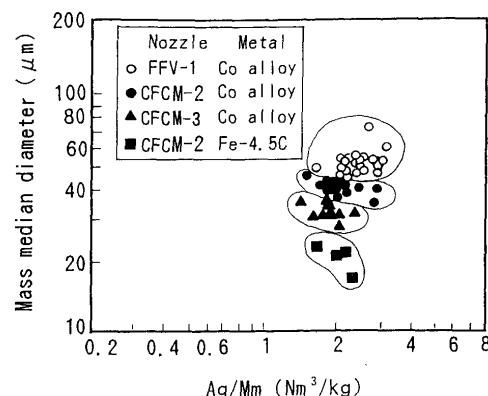


Fig. 11. Relation between mass median diameter and gas-metal flow rate ratio.

2.0である。なお、ここでのいくつかの実験では、幾何標準偏差は1.8~2.2の範囲で、噴射圧力や噴流ノズルの影響は明らかではなかった。ノズルCFCM-3で得られた粉末のSEM写真をFig.10に示す。とくに微粉末を選択的に撮影したもので、1 μm 程度の球形粉末が認められる。水噴霧法¹⁶⁾では、すでに平均粒径数 μm の粉末が得られているが、気流噴霧法でも数 μm の粉末が得られることを示唆している。

超合金粉末の dm と Ag/Mm の関係をFig.11に示す。なお、比較のため、3・2で述べた溶鉄での結果を併記した。ノズルCFCM-3を用いる場合、もっとも微細な粉末が得られる。噴霧係数、 K' (Table 1)で比較すると、ノズルCFCM-3, CFCM-2およびFFV-1で得られる dm は相対的にはおよそ3:4:5となる。溶鉄の場合と同じように、溶融超合金の微粉化にも超音速多孔旋回噴流の適用が有効である。

一方、溶融超合金は溶鉄より粉化されにくい。超合金粉末の dm は、同じノズルCFCM-2(溶湯ノズル径5mm)を用いた3・2の実験で得られた K' で比較すると、鉄粉末の約2倍となる。この関係を(1)式と溶融合金の物性値(Table 3)で試算すると、超合金粉末の平均粒径は鉄粉末の1.4倍となる。この計算値は上記の実測値よりやや小さいが、傾向はほぼ一致する。すなわち、溶融超合金は溶鉄に比べ、密度に対する表面張力と動粘度が大きいため粉化されにくいものと考えられる。

4. 結言

気流噴霧法による溶融合金の微粉化を目的とし、粉末の粒子径におよぼす気体噴流の影響を実験的に検討し、同時に粉化状況も観察した。これらの結果をもとに開発した超音速多孔旋回噴流方式コンファインドAr気流噴霧法をCo基超合金の粉末製造に適用した。これらの結果を以下に述べる。

(1)コンファインド気流噴霧法では、超音速多孔旋回噴流の適用が溶鉄の微粉化に有効である。多孔旋回噴流の粉化力は、スリット単孔旋回噴流より1.7倍大きい。また、超音速多孔旋回噴流を対象にノズル出口マッハ数を1から3に上げると、45 μ m以下の粉末の回収率は約10%高くなる。一方、噴霧条件のうち気体と溶鉄の流量比の増大も微粉化に有効である。

(2) Ar気体と溶融合金の流量比が約2 Nm³/kgのような場合、コンファインド気流噴霧法による溶融合金の粉化機構は、溶融合金流が溶湯ノズル底面上にフィルム状に広がる過程、溶湯ノズル端部でフィルムが気体噴流により粉化される過程、さらに1次粉化された溶融粒子が気体噴流中で再粉化される過程からなる。

(3)新しく開発した超音速多孔旋回噴流方式コンファインド気流噴霧法をCo基超合金の微粉末の製造に適用すると、気体と超合金の流量比2 Nm³/kgで質量平均粒径約30 μ m

の微粉末が得られる。この方法の粉化力は従来のフリーフォール法より約1.7倍大きい。一方、超合金は溶鉄より粉化されにくく、粉末の平均粒径で比較すると約2倍になる。

文 献

- 1) E. Klar and J.W. Fesko: Metal Handbook, 9th edition, Vol. 7 (1984), p.25 [ASM]
- 2) B. Williams: MPR, **46** (1991) 10, p.64
- 3) 河合伸泰, 佐藤義智, 関 義和: 資源処理技術(浮選), **33** (1986), p.227
- 4) B. J. MacTiernan: MPR, **46** (1991) 1, p.22
- 5) I. E. Anderson, H. Morton and R. S. Figliola: Physical Chemistry of Powder Metals; Production and Pressing, ed. by W. M. Small, (1989), p.229 [MMMS]
- 6) A. Unal, M. J. Naylor and H. B. McShane: Powder Metallurgy, **33** (1990), p.260
- 7) 望月博昭, 宮里義昭, 佐藤義智, 山口裕史, 松尾一泰: 可視化情報, **11** (1991) 増刊2, p.35
- 8) H. Lubanska: J. Metals, **22** (1970) 2, p.45
- 9) 小林清志: 日本機械学会論文集, **17** (1951), p.114
- 10) Sh. M. Sheikhaliev, I. V. Sharonov and M. P. Karpov: Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics, **28** (1989), p.431
- 11) J. B. See, J. C. Runkle and T. B. King: Met. Trans., **4** (1973), p.2669
- 12) 溶鉄・溶滓の物性値便覧 (日本鉄鋼協会編), (1972)
- 13) 金属データブック (日本金属学会編), (1974), [丸善]
- 14) 稲村隆夫, 永井伸樹, 森 一俊, 木村正博, 加藤恵二: 日本機械学会論文集 (B編), **51** (1985), p.2880
- 15) 佐藤義智, 井手英暉, 古田誠矢, 松下富春: 材料とプロセス, **5** (1992), p.736
- 16) 武田 徹: 昭和59年度金属材料技術研究所発表会概要集, (1984), p.13