



回転ディスク上に滴下されたTi-6Al-4V合金の凝固に及ぼす噴霧条件の影響

水上 秀昭*・森 健太郎*²・吉原 直武*²・中村 英夫*³

Effect of Atomization Conditions on Solidification of Ti-6Al-4V Alloy Droplets on Rotating Disk
Hideaki MIZUKAMI, Kentarō MORI, Naotake YOSHIHARA and Hideo NAKAMURA

Synopsis : In powder making process such as EBRD(Electron Beam Rotating Process), it is important to solve a problem that some of the molten metal droplets partially solidify and remain on the rotating disk before disintegration.

The solidification phenomena of Ti-6Al-4V alloy droplets on the rotating disk, and the effect of various factors on the solidified amount were experimentally studied.

The results obtained were as follows.

(1) Molten metal droplets partially solidified on the rotating disk, and the solidified shell on the disk is necessary for better atomization.

(2) In the case of a water-cooled copper disk, the heat flux q_d to the disk is 28.6 cal/cm²sec and the solidified amount, $\eta(\%)$ is expressed as

$$\eta(\%) = -(C_p \Delta TW - q_d A + q_e)/\Delta HW, \quad (C_p : \text{specific heat}, \Delta T : \text{super heat}, W : \text{rate of melt supply}, A : \text{disk surface area}, q_e : \text{heat input from external heat source}, \Delta H : \text{latent heat})$$

Heat input on the disk reduces the solidified amount. For example, 5kW is necessary for preventing the solidification at the melt supply of 3kg/min and the disk diameter of 80mm.

(3) In the case of disk made of heat insulating material such as graphite or Ti-6Al-4V alloy, it is difficult to maintain the continuous atomization because of the lack of deformation strength of rotating disk or disk holder.

Key words : metal powder ; Ti-6Al-4V alloy ; rotating disk ; centrifugal atomization ; solidification.

1. 緒言

チタン合金、およびニッケル基超合金分野においては、切削加工の省略による材料節約、および急冷凝固粉による優れた比強度、比弾性率、耐熱性などを有する新合金の開発の可能性の追求のため、粉末製造法について活発な研究が行われている。

これらチタン合金、および超合金粉末は航空機のエンジン部材等がその使用用途であることから、非汚染が大前提である。したがって、粉末製造の時点から汚染源をできるだけ断つことが重要であり、代表的な溶湯噴霧法とその汚染源については、例えば加藤ら¹⁾によりまとめられている。量産規模でのPREP(Plasma Rotating Electrode Process)法²⁾、および研究・開発規模でのEBRD(Electron Beam Rotating Disk)法³⁾などが非汚染の粉末製造プロセスであり、電子ビームの替わりにアーク、プラズマ、高周波誘導を利用して液滴を形成し下方の回転ディスクにより遠心噴霧する方法も考えられている。また水冷銅ルツボ内のスカル

溶解とガスマトマイズを組み合わせたプロセス⁴⁾⁵⁾も報告されている。さらに、最近ではアーク放電と静磁場を利用したプロセス⁶⁾、棒状原料の高周波溶解とガスマトマイズを組み合わせたプロセス⁷⁾も提案されている。しかしながら、チタン合金で唯一の量産プロセスである⁸⁾PREP法では、母合金は回転電極となり10000RPMを越える高速回転に耐える加工精度が必要で、さらに電極の長さ、および径に限界がある。また、スカル溶解においては溶湯流の形成が難しい。一方、EBRD法では母合金の大径・長尺化が可能で加工精度も必要ないが、合金成分の蒸発⁹⁾の問題がある。さらに、EBRD法などの滴下する液滴を回転ディスクを経由して噴霧する方法では、回転ディスク上で滴下液滴の凝固が問題となると思われるが、この点に関する研究は見当たらない。

以上のことから、本研究では、EBRD法などの上方より滴下する液滴を回転ディスクにより飛散、噴霧するプロセスにおいて、回転ディスク上で凝固に及ぼす噴霧条件の影響についてモデル試験機を用いて検討した結果を報告する。

平成7年5月31日受付 平成7年7月24日受理 (Received on May 31, 1995; Accepted on July 24, 1995)

* NKKエンジニアリング研究所 (Engineering Research Center, NKK Corporation 1-1 Minamiwatarida-cho Kawasaki-ku Kawasaki 210)

* 2 NKK総合材料技術研究所 (Materials & Processing Research Center, NKK Corp.)

* 3 NKK総合材料研究所(現:知的財産部) (Materials & Processing Research Center, now Intellectual Property Dept., NKK Corp.)

2. 実験方法

実験装置の概略を Fig. 1 に、また、おもな設備仕様、実験条件を Table 1 に示した。本実験設備はスーパーアロイの真空溶解、鋳造プロセスの一つであるVADER法¹⁰⁾¹¹⁾を応用したものであり、霧囲気を調節できるチャンバー内で 2 本の対向する電極間に直流電源によりアーケを発生させ、電極先端より滴下する液滴を下方の高速回転ディスクにより遠心噴霧するものである。ディスクの回転はエアーベンにより最高25000RPMまで可能である。チャンバー内霧囲気はヘリウムとした。霧囲気圧は高いほうがディスクより噴霧された液滴の冷却、凝固には好ましいが、 8×10^3 Pa以上になると電極間のアーケが不安定となるため¹²⁾、ヘリウム 4×10^3 Paで行った。溶解速度、および滴下する液滴のスーパーヒートは、今回の溶解条件の範囲でそれぞれおよそ $2 \sim 4$ kg/min、および $30 \sim 50^\circ\text{C}$ ¹¹⁾であった。この装置により、代表的なチタン合金であるTi-6Al-4V合金(80mmφ)を用い、回転ディスク上の凝固シェルの成長に及ぼす、滴下液滴の溶解速度、回転ディスク径、およびディスクの材質、冷却条件の影響を調査した。ディスクとしては、Fig. 2 にその構造を示した水冷構造の銅、断熱構造(非水冷)の滴下液滴と同材質のTi-6Al-4V合金、およびグラファイトを用いた。ディスクは噴霧材と同じTi-6Al-4V合金製のホールダーで固定した。

また、ディスク上への外部熱源として出力10kWのアルゴンプラズマトーチ(アルゴン流量: 15l/min)を併用する実験も行った。このプラズマトーチは電極溶解の直流電流による磁場の影響を受けないNon-transferタイプとし、この場合も霧囲気はヘリウム 4×10^3 Paと一定に保った。なお、

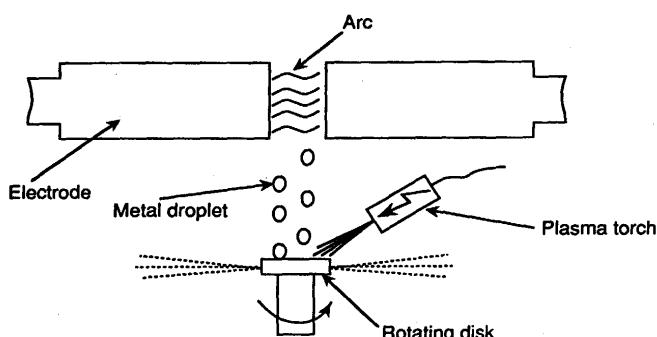


Fig. 1. Schematic diagram of experimental apparatus.

Table 1. Major specifications of experimental apparatus and major experimental conditions.

Melting current	MAX. 3500A
Electrode dia.	80mm
Atmosphere	He; 4×10^3 Pa
Disk material	Water cooled Cu, Graphite, Ti 6-4
Rotating speed	25000RPM

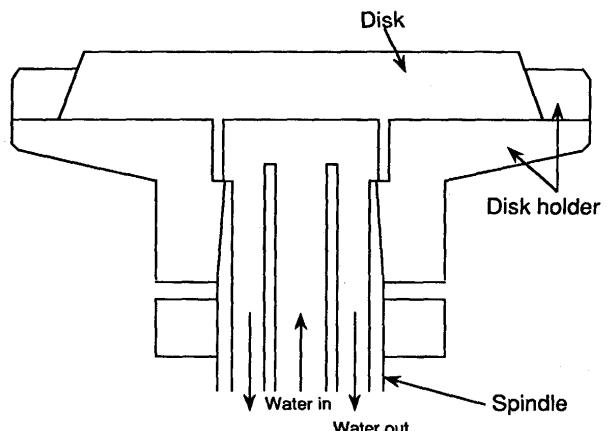


Fig. 2. Schematic diagram of water cooled copper disk.

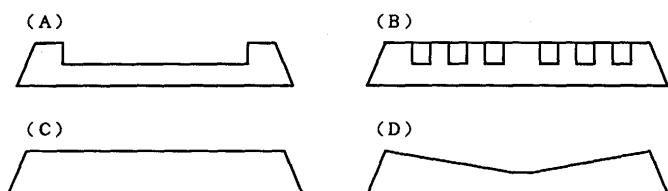


Fig. 3. Shapes of rotating disk.

トーチの位置をFig. 1 中に示した。

また、実験に先立ち低融点合金(ウッドメタル)を用いて Fig. 3 に示す 4 種類のディスク形状により最適ディスク形状に関する検討も行った。さらに、ディスク上で熱バランス計算によりディスク上凝固シェルの制御法について検討した。

3. 実験結果および考察

3・1 最適ディスク形状

Fig. 3 に示す 4 種類の水冷銅ディスクによるウッドメタルを用いた噴霧実験結果から、上方より滴下する液滴をディスクのエッジ部より安定して噴霧するには、回転ディスクの全面に凝固シェルが形成されることが必要であった。この現象は Ti-6Al-4V を実際に噴霧した時も同様であった。すなわち、Fig. 3 に示したように周辺部に土手状に高い部分を設けた A や、ディスク上面に溝を設けた Bにおいては、ディスク上で凝固したシェルが拘束され、その上を滴下した液滴がディスク周辺部に移動してディスク上の凝固シェルの縁より安定して噴霧された。これは前述の P-R-E-P 法で溶融メタルが未溶解の電極先端の縁から遠心噴霧される挙動¹³⁾と一致した。一方、C, D のディスクにおいては、ディスク上で凝固したシェルがすぐに飛散してしまい、液滴が銅ディスクに直接落下し、ディスク面で跳ねる現象が観察され、ディスクのエッジ部からの安定した噴霧状況を得ることができなかった。以上の結果から、ディスク形状は A,

Bを基本とした。なお、ウッドメタル実験で、RSR法(Rapid Solidification Rate)¹⁴⁾¹⁵⁾のように連続した溶湯流を回転ディスク上に注湯した場合には、C, Dのようなディスク形状でもディスク面で跳ねる現象は観察されず、液滴が断続的にディスク上に滴下する場合とは異なる様相を呈した。

3・2 ディスク上での凝固シェルの成長

ディスク形状A, Bの水冷銅ディスクを用いた場合、回転ディスク上にはFig. 4 -aに示すような凝固シェルが形成された。また、シェルの断面はFig. 4 -bに示すように層状になっており、ディスク上に落下した液滴がディスク上を移動、ディスク上の凝固シェルのエッジから噴霧される以前にその一部が凝固し、それが繰り返して成長したものと考えられた。また、これらの凝固シェルはある程度成長してはディスクから剥離して飛散することを繰り返した。

回転ディスク上の凝固シェルの成長は温度が定常になるまで続く。凝固シェルが成長して厚くなると熱流束 q は次第に小さくなる。この q は、ディスク半径方向での滴下した液滴の流速、水冷構造等の違いにより、半径方向で変化していると考えられるが、回転ディスク面の平均として(1)式に達すると定常となる。

ここで、 ΔT はスーパーヒート、Wは液滴の供給速度、Cpは液滴の比熱、Rは回転ディスクの半径である。すなわち、回転ディスク上でスーパーヒート分だけが抜熱されるようになるまでqが低下するとディスク上のシエル厚が定常となる。

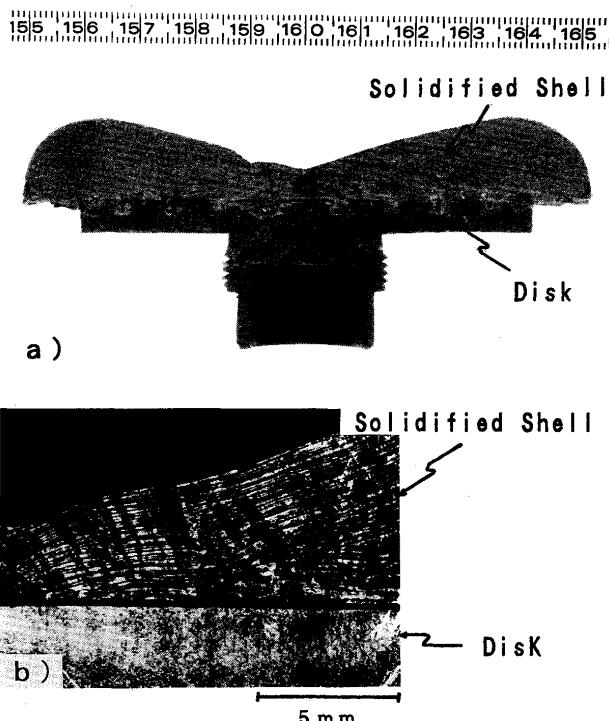


Fig. 4. Solidified shell of Ti-6Al-4V on the rotating disk

る。まず、定常熱伝導解析から凝固シェル成長後のシェル厚の検討をする。Fig. 5 に示すように、温度、熱伝達係数、厚の記号を探る。すなわち、凝固シェルの上面温度を T_u 、下面の温度を T_d （回転ディスクの上面温度の等しい）、回転ディスクの下面温度を T_d 、凝固シェル上面と溶融金属との熱伝達係数を h_u 、回転ディスクの下面と冷却水との熱伝達係数を h_d 、凝固シェル厚を t_s 、回転ディスク厚みを t_d とする。定常状態においては熱流束 q が一定となっているので、凝固シェル、回転ディスクにおいてそれぞれ(2)、(3)式が成り立つ。

ここで λ は凝固シェルの熱伝導率である。

ここでは回転ディスクの熱伝導率である。

以上の(2), (3)式から凝固シェル厚 t_s は次式のように求められる。

$$t_s = \lambda_s (T_m - T_w) / q - \lambda_s (1/h_u + 1/h_d + t_d / \lambda_d) \dots \dots \dots (4)$$

回転数が 25000RPM という条件の強制対流における熱伝達係数 h_u , h_d は、およそ $h_u = 5000\text{kcal}/\text{m}^2\text{h}^\circ\text{C}$, $h_d = 5000\text{kcal}/\text{m}^2\text{h}^\circ\text{C}$ と概略見積もることができ¹⁶⁾、ディスク厚, $t_d = 10\text{mm}$ の条件でTi-6Al-4Vに関して(1), (4)式により計算される液滴供給速度, W , スーパーヒート, ΔT と平衡シェル厚, t_s の関係をFig. 6に示した。今回の実験条件である $\Delta T = 40^\circ\text{C}$, $W = 3\text{kg}/\text{min}$ では、計算では図中の●印に示すようにおよそ75mmの平衡シェル厚になると推定された。しかしながら、本実験においては20~30mmのシェル厚になると凝固シェルは回転ディスク上より剥離、飛散した。 25000RPM という高速回転では、ディスク上に成長した凝固シェルと回転ディスクの結合が高速回転に耐えきれず、上式の(4)で示す定常凝固シェル厚に達する前に凝固シェルは回転ディスクから剥離してしまうものと考えられる。スーパーアロイに対する遠心噴霧法であるRSR法¹⁴⁾¹⁵⁾のように、 ΔT を 100°C 以上、さらに供給速度を $10\text{kg}/\text{min}$ 以上にできれば、

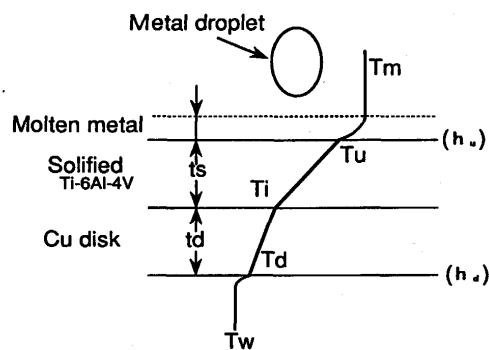


Fig. 5. Temperature distribution in the solidified shell and rotating disk.

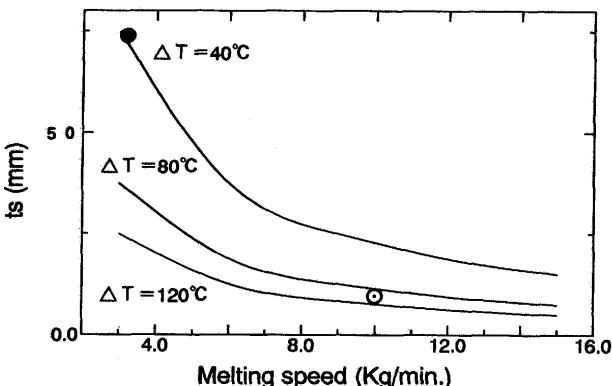


Fig. 6. Effect of melting speed W and metal superheat ΔT on solidified shell thickness, in the steady state.

Table 2. Thermal properties used in the calculation.

	Specific heat; C_p (KJ/kg·K)	Latent heat; ΔH (KJ/kg)	Thermal conductivity; λ (Watt/m·k)
Ti 6-4	0.96	440	20
Cu	—	—	400

図中の○印で示したように、計算では平衡シェル厚は約10mmとなり、前述の本実験の場合(75mm)のおよそ15%程度になると考えられる。なお、使用したTi-6Al-4V、および銅に関する熱物性値をTable 2に示した。

3・3 凝固率に関する検討

Fig. 7, Fig. 8には水冷銅ディスクを用いた場合の、凝固率(滴下した液滴に対してディスク上に凝固堆積した割合)と液滴供給速度、および回転ディスク径の関係を示した。液滴供給速度の減少、およびディスク径の増大により凝固率は増加した。

Fig. 9に示すように供給速度、 W kg/minでディスク上に滴下する溶湯のうち W' がディスク上に凝固して残留し、 $(W - W')$ が過熱度を失ってディスクより噴霧されると考え、回転ディスク上での単位時間当たりの熱収支をとる。スーパーヒート ΔT (°C)、また回転ディスクの抜熱面積を A (cm²)、抜熱速度を q_d (cal/cm²sec)とすると、(5)式が得られる。

$$W(\Delta H + C_p \Delta T) - q_d A = (W - W') \Delta H \quad \dots \dots \dots (5)$$

ここで ΔH は凝固潜熱、 C_p は比熱である。

ディスク上に凝固、残留する割合を凝固率 η (= W'/W)と定義すると(6)式が得られる。

$$\eta = -(C_p \Delta T W - q_d A) / \Delta H W \quad \dots \dots \dots (6)$$

水冷銅ディスクを用いたFig. 7, Fig. 8に示したディスク上の凝固量から逆算して求めた結果、平均してディスクへの抜熱量は $q_d = 28.6$ cal/cm²secであり、本実験で使用した水冷銅ディスクで、ディスク回転数が25000rpmの条件で、凝固率に関して(7)式が得られる。

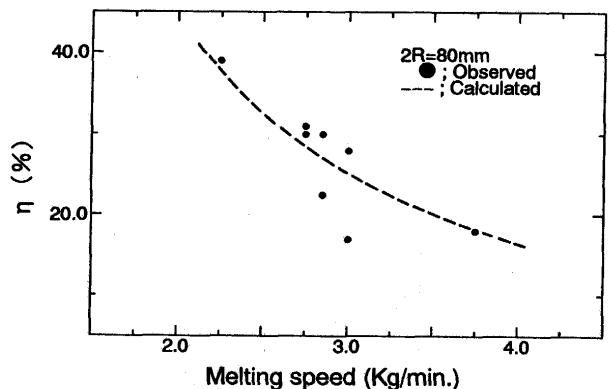


Fig. 7. Relation between melting speed W and solidified ratio η .

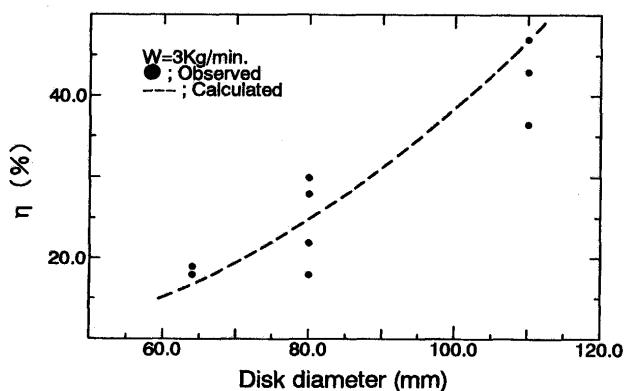


Fig. 8. Relation between disk diameter and solidified ratio η .

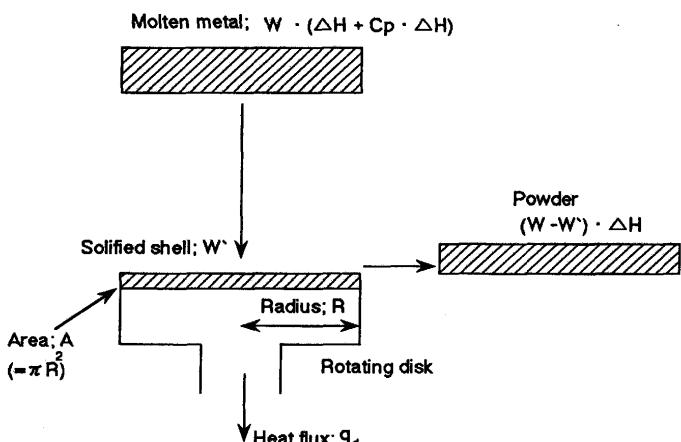


Fig. 9. Schematic diagram of total heat balance on the rotating disk.

$$\eta = -(C_p \Delta T W - 28.6 A) / \Delta H W \quad \dots \dots \dots (7)$$

(7)式を用いて凝固率に及ぼす液滴供給速度 W 、抜熱面積 A の影響を計算して前述のFig. 7, Fig. 8に点線で示した。

以上示したようにマクロ的な熱収支からディスク上への凝固量が推定できることが確認でき、ディスク上の凝固シェ

ルの成長を抑えるには(6)式より、次のような対策が考えられる。

- ① ディスク上への液滴供給速度W、液滴の過熱度 ΔT を上げる。
- ② 回転ディスク径(抜熱面積A)を小さくする。
- ③ q_d を小さくする。すなわち回転ディスクを水冷せずに断熱化する。
- ④ 外部熱源によりディスクを加熱する。

外部熱源を用いる場合には(6)式にさらに外部熱源からの入熱 q_e (cal/sec)を付加して(8)式が得られる。

$$\eta = - (C_p \Delta T W - q_d A + q_e) / \Delta H W \quad \dots \dots \dots (8)$$

(8)式を用いて、凝固率に及ぼす各パラメーターの影響を計算しFig.10に示した。 ΔT 、W、A、 q_d については、それぞれ30°C、3kg/min、50cm²、28.6cal/cm²/secを基準とした。また、外部熱源からの入熱 q_e についてはプラズマからの入熱、 q_p (kW)を対象とし、 $q_p=0$ kWを基準とした。

EBRD法のように棒状原料より滴下する液滴を下方の回転ディスクにより遠心噴霧する方法では、 ΔT 、Wを増大することには限界があり、例えばEBRD法ではW=2~2.5kg/min³である。また、本実験のようにアーカーを利用する方法では溶解電流を上げることにより溶解速度、およびスーパーヒートを上げることができると、溶解電流をおよそ4000A以上にすると落下する液滴の方向が発生する磁場により乱れてくる。そのためW~4kg/min、 ΔT =30~50°C程度¹¹⁾が限界である。また、ディスクの面積も滴下する液滴をディスク上に落下させるためには少なくとも60~70mm²が必要と思われ、抜熱面積Aを小さくすることにも限界がある。このように水冷銅ディスクを用いる場合にはW、 ΔT を上げること

とや、Aを小さくすることで凝固率を低減させることは難しいと考えられた。なお、耐火物ルツボ内でスーパーアロイを溶解し、回転ディスクで遠心噴霧する方法¹⁴⁾¹⁵⁾では注湯速度Wは10kg/minと大きく、スーパーヒートも高くできることから、凝固率は(8)式より4~5%と見積もることができ、ディスク上の凝固シェルの成長は大きな問題とならないと考えられる。

3・4 外部熱源、およびディスク断熱の効果

前述のFig.10より80mm²の水冷銅ディスク上に外部熱源から5kW、また同様の計算で64mm²のディスクに3kWの入熱により凝固率が0になることがわかる。出力10kWのNon-transferタイプのアルゴンプラズマをディスク上へ外部熱源として付加した場合の凝固率、液滴供給速度の関係をプラズマを付加しない場合(点線)と比較してFig.11に示した。80mm²のディスクの場合約70%にまた、64mm²の場合50%以下に低減でき、さらに64mm²の場合、供給速度4.0kg/minでは凝固率6%にまで低減できた。(8)式により逆算して10kWのプラズマ出力に対して実際に回転ディスク上へ入力された量を求めるとき $q_p=1.5$ kWとなり、今回使用したプラズマの効率(回転ディスクへの着熱効率)はおよそ15%であった。すなわち、今回使用したプラズマトーチの容量は十分ではなく、ディスク上のシェル成長防止には同タイプのプラズマでおよそ40kWの容量が必要と推定された。なお、Fig.11中には得られた効率を用いて(8)式により求めたプラズマの効果の計算値を実線で示した。以上示したように、水冷銅ディスクでの遠心噴霧の場合、外部熱源によるディスクへの熱付加が有効であり、Ti-6Al-4Vを3kg/minの供給速度で噴霧する場合、80mm²のディスクに外部熱源から5kW程度の入力が必要と推定された。なお、EBRD法においても水冷銅ディスクへの熱付加のためのEBガンが設置されているようである¹⁷⁾。

また、Fig.10よりディスクへの抜熱速度 q_d を水冷銅ディスクの場合の25%以下、すなわち7cal/cm²/sec程度にディスクを断熱化すると凝固率をほとんど0にできることが推定された。水冷銅ディスクの替わりに、噴霧する溶湯と同一組

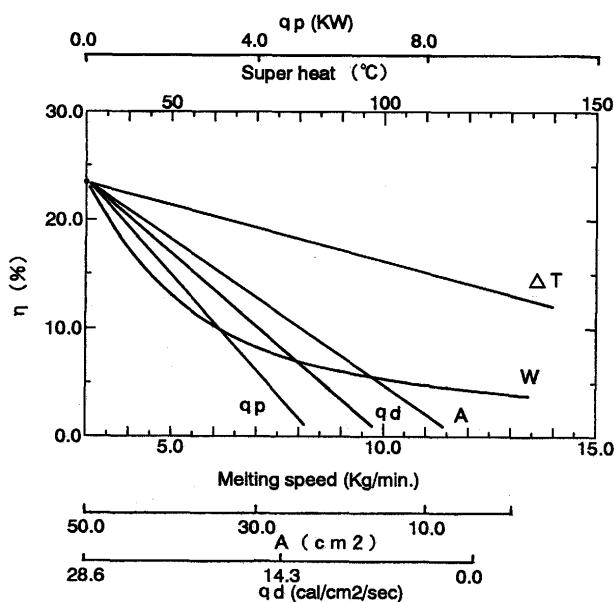


Fig. 10. Effects of melting speed W, superheat ΔT , disk surface area A, heat flux to the disk q_d and heat flux from external heat source q_p on the solidified ratio.

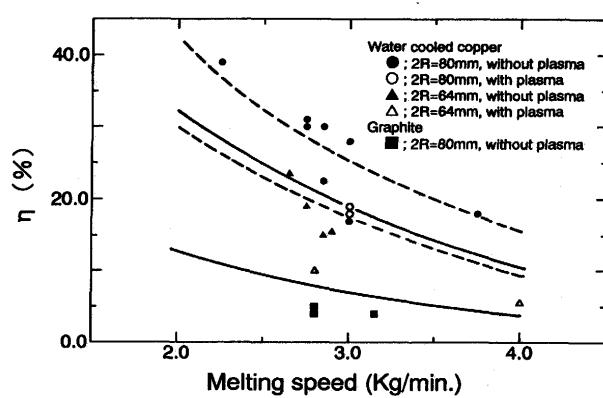


Fig. 11. Effects of plasma heating and graphite disk on the solidified ratio.

成のTi-6Al-4Vのディスクを使用した非水冷の断熱状態の時の定常状態において、凝固シェルを含んだディスクに関して前述の(2), (3)式と同様に次式が得られる。

$$q = h_u (T_m - T_u) = \lambda_d (T_u - T_d) / t_d = h_d (T_d - T_w) \cdots (9)$$

ここで t_d は凝固シェルも含めたTi-6Al-4Vディスクの厚みである。シェルの成長が止まる定常状態を、前述の3・2と同様に推定する。すなわち $q \sim 7 \text{ cal/cm}^2\text{sec}$ ($\Delta T \sim 30^\circ\text{C}$, $W \sim 3 \text{ kg/min}$)となる時の T_d , t_d を非水冷の状態での h_d を $h_d \sim 200 \text{ kcal/m}^2\text{h}^\circ\text{C}^{16}$ とおいて概略計算するとおよそ $t_d = 20 \text{ mm}$, また、ディスク下面温度については $T_d = 1300^\circ\text{C}$ という高温度になった。実際にTi-6Al-4V合金のディスクにより噴霧実験を行ったが、20000RPMを越える高速回転に耐えきれず噴霧中にディスクが変形し、破壊する場合もあった。断熱チタンディスクではチタンディスクそのものが高温になり、強度不足により高速回転に耐えられなくなつたものと思われる。

つぎに、高温強度としては充分な強度を持つグラファイトを使用した時の回転ディスク上の凝固率を水冷銅の場合と比較して前述のFig.11中に示した。グラファイトディスクを使用することにより、凝固率 $\sim 3\%$ にまで低減できた。しかしながら、この場合も噴霧時間が長くなるとディスクを固定するホルダー（今回の試験では噴霧する材料と同材質のTi-6Al-4V）の温度が上昇し、これが高速回転に耐えられなくなることがあった。

4. 結言

2本の対向する電極間にアークを発生させ、電極先端より滴下する液滴を下方の高速回転ディスクより噴霧するモデル試験機を作製し、Ti-6Al-4V合金を用い、ディスク上で滴下液滴の凝固に関する噴霧条件と凝固率について調査し、以下の結果を得た。

(1) 滴下液滴は回転ディスク上で部分的に凝固、成長した。このディスク上で凝固シェルの形成が、連続して安定した噴霧を継続するために必要不可欠であった。

(2) 水冷銅ディスクを使用した場合、回転ディスクへの

拔熱量 q_a は $28.6 \text{ cal/cm}^2\text{sec}$ であった。また凝固率、 η は次式で整理できた。

$$\eta = - (C_p \Delta TW - q_a A + q_e) / \Delta HW$$

ここで、 C_p は比熱、 ΔT はスーパーヒート、 ΔH は融解潜熱、 W は液滴の供給速度、 A はディスクの表面積、 q_e は外部熱源からの入熱である。

この式より、供給速度 3 kg/min 、ディスク径 80 mm の時、およそ 5 kW の外部熱源をディスク上に付加することでシェル成長防止できると推定された。

(3) グラファイト、Ti-6Al-4V等の断熱ディスクを使用した場合、ディスクおよびディスクを固定するホルダーの強度不足により安定した噴霧を継続することができなかつた。

文 献

- 1) 加藤哲男、草加勝司：鉄と鋼、70 (1984), p.305
- 2) E.J.Kosinsky: Proc. 1982 National P/M Conf., May (1982)
- 3) H.Stephan and J.K.Fischhof: Mod.Develop. PowderMet., 9 (1977), p.183
- 4) C.F.Yolton and J.H.Moll: Rapidly Solidified Materials, ed. by P.W.Lee and R.S.Carbonara, ASM, (1985)
- 5) R.E.Anderson and J.L.Larson: Titanium, Rapid Solidification Technology, ed. by F.H.Froes and D.Eylon, TMS-AIME, (1986)
- 6) 薩田寿隆、蜷川伸吾、佐々健介、浅井滋生：鉄と鋼、79 (1993), p.486
- 7) 白石博章、有本信弘、森 盛：チタニウム・ジルコニウム、42 (1994), p.252
- 8) F.H.Froes and D.Eylon: Proc. 5th Intn. Conf. on Titanium, Sep. (1984), p.267
- 9) P.W.Sutcliffe: AGARD Conf. Proc., 200 (1976), SC3-1
- 10) K.O.Yu, F.H.Soykan and C.B.Adasczik: Proc. 7th Intern. Conf. on Vac. Metallurgy, Tokyo, (1982) p.1282
- 11) 水上秀昭、森健太郎、中川大隆、尾関昭矢、加藤 彰、矢田 明：鉄と鋼、79 (1993), p.41
- 12) 中川大隆、鈴木元昭、渡辺 之、加藤 彰：溶接学会、溶接アーク物理研究委員会資料、(1987)
- 13) B. Champagne and R.Angers: Powder Metallurgy International, 16 (1984), p.125
- 14) A.R.Cox: Int.Symp. Superalloys 3rd., (1976), p.45
- 15) 加藤哲男、草加勝司、洞田 亮、市川二郎：電気製鋼、54 (1983), p.174
- 16) 伝熱ハンドブック (日本機械学会編), (1993)
- 17) H.Stephan: 私信