

わが社の金属粉末製造法及び固化成形法

山名 幹也*

1. 緒言

近年、金属粉末の適用分野は、鉄基からNi基、Co基等の超合金へ広がり酸化物系介在物による汚染を出来るだけ減少させた高纯净度の高品質な粉末が要求されるようになってきた。当社では、高纯净度粉末の製造が可能でかつ大量生産が容易であるガスアトマイズ設備を設置した。

本報では、当社の粉末製造設備の概要および粉末製造法について述べるとともに、アトマイズ粉末の固化成形技術 (ANVAL Process) についても紹介する。

2. 粉末製造設備

2.1 設備概要

当社の技術ノウハウを反映させた最新鋭の粉末製造設備を、ライボルトヘラウス社 (現・ALDバキュームテクノロジーズ社) より、1989年に導入した。本設備の外観をFig. 1に示し、その概略をFig. 2に示す。

- 真空誘導溶解炉 (1基) 容量: 2,000Kg
- アトマイズタワー (2基) 高さ: 8m 内径: 2m
- 循環アトマイズガス圧力 1.0~2.5 MPa

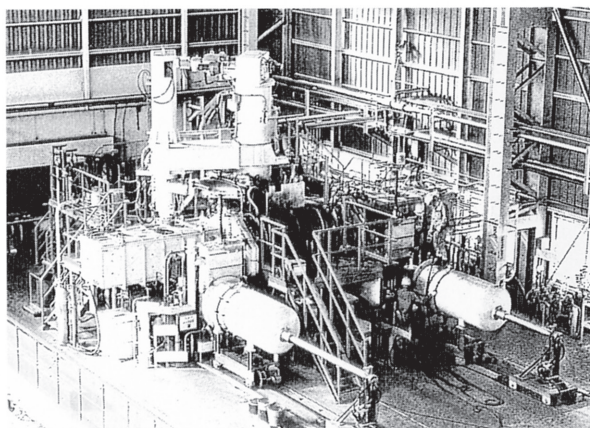


Fig.1 Bird's eye view of powder production unit.

2.1.1 粉末の高品質化対応

(1) 高纯净度粉末を製造するため、真空誘導溶解炉を有するガスアトマイズ設備である。アトマイズガスには、 N_2 ガスまたはArガスを使用している。

(2) クロスコンタミネーション (異種金属の混入) を防止する為、アトマイズ・タワーおよび系内に残留する既噴霧粉末を除去する必要がある。この除去作業を行っている間であっても溶解・噴霧をできるようにタワーを2基設置している。

(3) タワー内は、真空排気されるが、その際、冷却水系に温水を流しタワー内壁面の温度を上昇させることにより、壁面の吸着ガスを除去し、アトマイズ時の酸素のピックアップを防いでいる。

2.1.2 低コスト化対応

アトマイズガスには、 N_2 ガスまたはArガスを使用する為、経済性を考慮し、Fig. 3に示すガス浄化装置を備えたアトマイズガス循環システムを採用している。ガス浄化装置は、ガス中の酸素および水分を除去し、アトマイズガスがArである場合は窒素も除去する。

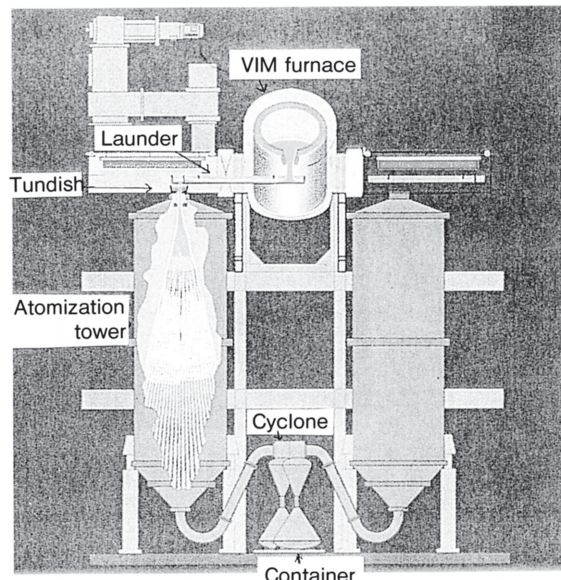


Fig.2 Basic layout of powder production unit¹⁾.

* 研究開発本部粉末開発部技術課

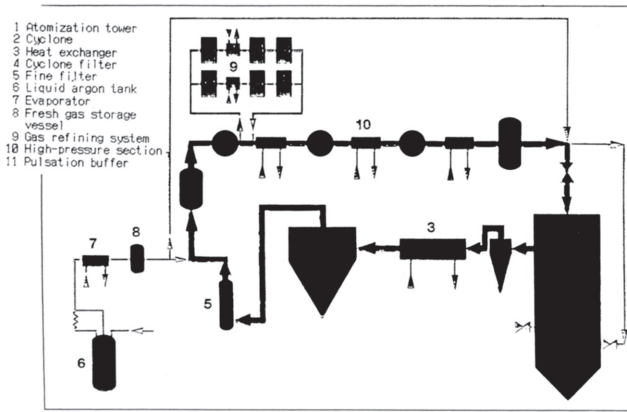


Fig.3 Schematic recycling process of gas²⁾.

2・1・3 安定化操業対応

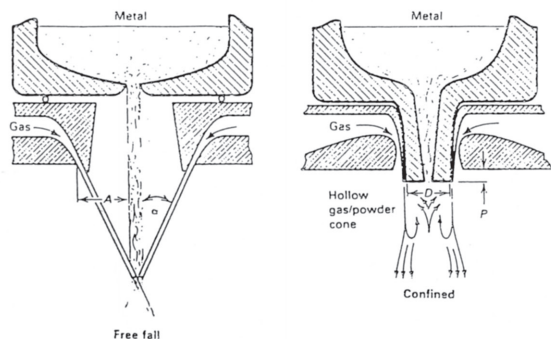
アトマイズ操業を行うには、次のパラメータが重要である。

- アトマイズノズル設計
- ガス圧力
- ガス流量
- 溶湯温度
- 溶湯流量

アトマイズノズルは、溶湯流を安定して粉化するために高圧ガスを噴出するもので、アトマイズ設備中で最も重要である。ノズルには、Fig. 4に示すように、大きく分けて“Confined”タイプと“Free-fall”タイプがある。当社では、ガスの運動エネルギーが溶湯流の粉化の為に効率的に使用される“Confined”タイプのノズルを採用している。

溶湯流量を安定させるため、タンディッシュ内の溶湯高さは常に一定になるように自動制御される。

ガス圧力、ガス流量、溶湯温度は、コントロール室内で集中制御しており、ラウンダー（樋）、タンディッシュ温度を、独立して制御することにより、溶湯の噴霧温度の制御可能なシステムになっている。



- α : Angle formed by free-falling molten metal and gas
- A: Distance between molten metal and gas nozzle
- D: Diameter of confined molten metal nozzle
- P: Protrusion length

Fig.4 Atomization nozzle designs³⁾.

2・2 粉末製造法

真空誘導溶解炉で溶解された溶湯は予熱されたラウンダー（樋）を通り、アトマイズタワー上部に設置されたタンディッシュに注入される。タンディッシュ底より落下する溶湯流にアトマイズガスを噴射し、微細な液滴とする。この液滴は、アトマイズタワー内を落下しながら急凝固して粉末となり、アトマイズガスおよび搬送ガスによって、20mの搬送ラインを通り、サイクロンまで運ばれる。この間に粉末は、373K以下に冷却される。サイクロンにてガスと粉末を分離し粉末はコンテナ内に回収される。その後、2段階のフィルターをかけられ、微粉末が除去されたアトマイズガスは、循環システムにて所定のガス圧力まで上昇させられ、アトマイズガスとして再使用される。このように、溶解から粉末回収までを、大気に曝されることなく無酸化雰囲気で行うことができる。

3. ガスアトマイズ粉末の特徴

3・1 形状

ガスアトマイズ時の粉末粒の凝固速度は、 10^6 K/sのオーダーであり、Fig. 5に示すように、粉末は球状化する。

3・2 酸素量

代表的合金の酸素量をTable 1に示すが、粉末の酸素含有量は非常に低い。しかし、溶湯中の酸素含有量と比較し粉末の酸素量は、上昇している。これは、ガスアトマイズ粉末とはいえ、粉末表面極近傍での酸化は避けられないためである。マイクロプローブ・オージェ分析装置にて、PS 6（ステライト 6 相当）合金粉末の表面分析を行ったところ、表面酸化層は、4 nmと非常に薄いが存在することが認められた。



Fig.5 SEM photograph of Co-base alloy powder.

Table 1 Oxygen contents in $-210/+63 \mu\text{m}$ powders.

grades	O ₂ (ppm)	
	powder	molten metal
316L stainless steel	100	60
High speed steel	60	25
Ni-base alloy C276	30	10
Co-base alloy PS6	45	30

4. ガスアトマイズ粉末の固化成形技術

ガスアトマイズ粉末は、球形をしており、かつ、粒度分布が広いので充填密度が高くなる。この特性を活かせる粉末熱間押出法をスウェーデンのAnval NyBy社より導入し、工具鋼、高機能クラッド材およびハステロイC276相当合金等の超合金のチューブ、バーを製造している。

4.1 粉末熱間押出法

押出法のプロセスをFig.6に示す。粉末を金属製容器(カプセル)に充填し、溶接密封後CIP処理を行う。CIP処理は、粉末充填部の密度を上昇させることにより押出時のビレットの座屈を防止するために行う処理である⁴⁾。この後、ビレットを加熱し、ガラス潤滑下で熱間押出を行い、チューブおよびバーを製造する。

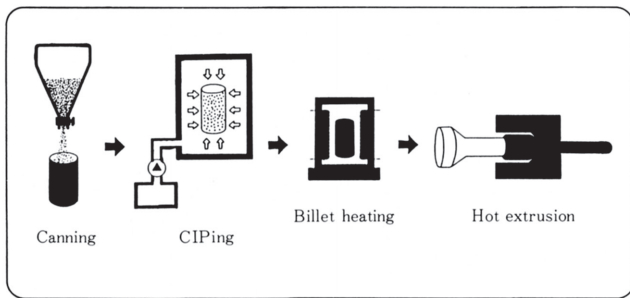


Fig.6 Powder hot extrusion process.

特徴

- HIP法と比較して、変形に要する時間が短時間であり、かつ 高温・高圧下で大きな塑性加工を粉末粒に加えるため、粉末は完全緻密化し、内部ポアのない成形体を得られる。
- ガスアトマイズ粉末の特性である結晶粒が細かく、さらに炭化物等の析出物が均一でしかも微細に分散しているという優れた性能を損なうことなく、固化成形することが可能である。

4.2 粉末熱間押出材の品質特性

4.2.1 工具鋼

加熱時間、加熱温度を目的に合わせて広範囲に制御できるため、炭化物粒径を小さいままにすることも、大きくすることも、可能である。

- 疲労強度は、Fig.7に示すように炭化物粒径2~3 μm において最も高い値が得られる。⁵⁾
- 抗折強度は、Fig.8に示すように炭化物粒径が大きくなるほど低下する。⁶⁾
- シャルピー衝撃値は、Fig.9に示すように炭化物粒径2~3 μm において最も高い値が得られる。

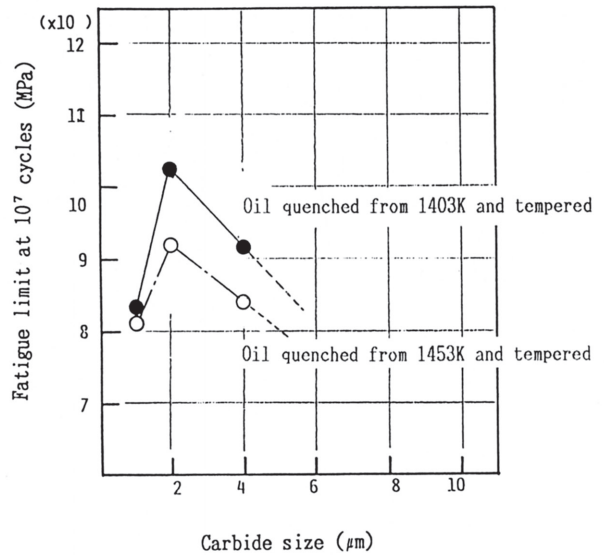


Fig.7 Relationship between fatigue limit and carbide size in P/M high speed steel⁵⁾.

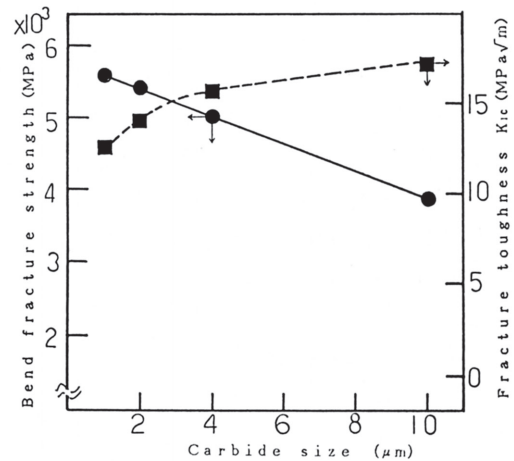


Fig.8 Relationship between mechanical properties and carbide size in P/M high speed steel⁶⁾.

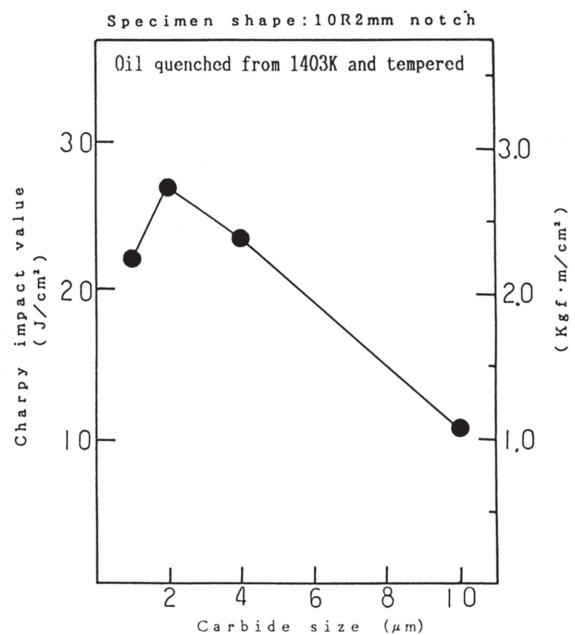


Fig.9 Relationship between Charpy impact value and carbide size in P/M high speed steel⁵⁾.

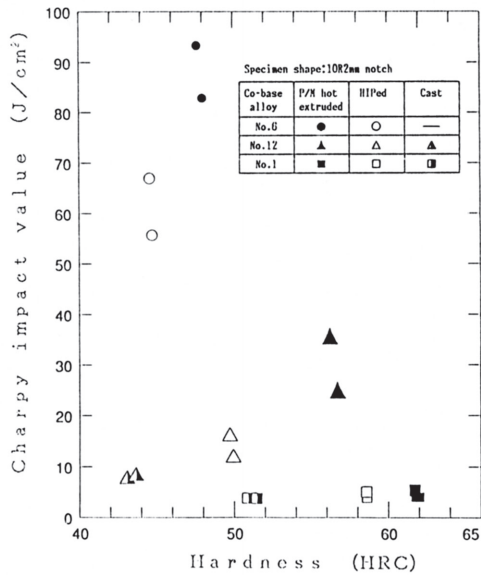


Fig.10 Relationship between Charpy impact value and hardness⁷⁾.

4・2・2 高炭素コバルト基合金特性

各種製造法によるステライト相当合金の機械的特性の比較をFig.10に、各種製造法によるステライト 6 相当合金の組織をFig.11に示す。

肉盛材（鋳造材）およびHIP材に比べて熱間押出材は韌性に優れているが、これは、他の製造法と比較し粉末熱間押出材の組織は、微細で均一であるからである。ステライト相当合金を内面に使用した高機能クラッド材の主用途には、耐食・耐摩耗性に優れた空気輸送用配管がある。

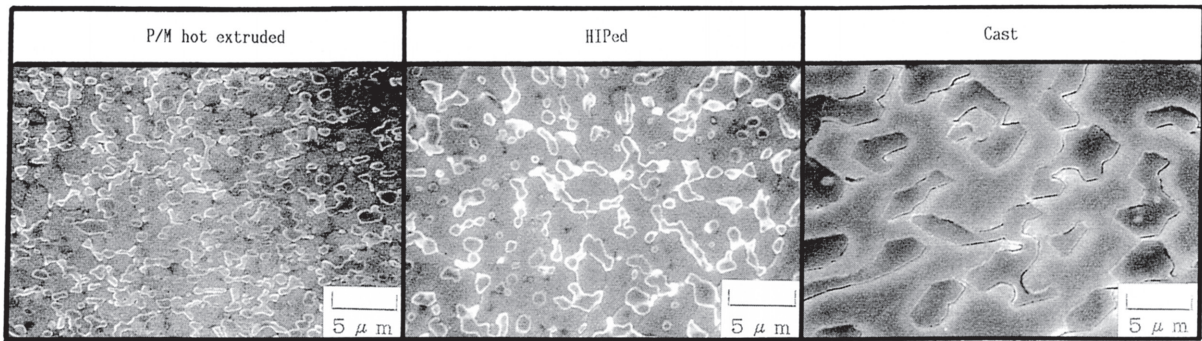


Fig.11 Microstructures of Co-base alloys produced by different processes.

5. 結言

粉末製造設備は、1989年稼働以後、優れた操作性および制御性により、高品質粉末の安定生産を行っている。

今後、ますます高くなる品質ニーズ、多様化するユーザニーズに対応すべく、技術および品質の向上を進めつつある。

文 献

- 1) M.Hohmann, N.Ludwig and T.Koma: Proceeding of 1993 Powder Metallurgy World Congress, (1993), p.23
- 2) R.Ruthardt: Novel Aspects for High Quality Metal Powders Equipment, Powder Metall. Int., 13 (1981), p.175
- 3) E.Klar and W.M.Shafer: High Pressure Atomization of Metals in Powder Metallurgy for High-Performance Applications, J.J.Burke and V.Weiss, Ed., Syracuse University Press, (1972), p.57
- 4) 大橋善久：特殊鋼, 42 (1993), 第2号, p.51
- 5) A.Murase and G.Abe: Proceeding of 1993 Powder Metallurgy World Congress, (1993), p.859
- 6) T.Nishida, Y.Mutoh and N.Tsujii: J.Soc.Mat.Sci., 41 (1992), p.1403
- 7) 大井茂博, 阿部源隆：材料とプロセス, 2 (1989), p.1305