論 説

粉末製造技術の進歩

長谷川 義彦*

Progress of Powder Production Technology

Yoshihiko Hasegawa

Synopsis

Industrial powder metallurgy has developed with the increasing demand of metal components mainly from automobile industry. The prosperity and growth of powder metallurgy has been supported by the improvements of metal powder production technology. This paper will briefly present the progress for atomizing process of liquid metal which has played an important part in powder production technology.

1. 緒 言

日本における、粉末冶金工業は、主な需要先である自動車工業、家電および電子機器産業における堅調な生産に支えられ年々高い伸び率をしめしている。図1は、粉末冶金およびその他の素形材加工品の成長率を示したものの¹⁾である。粉末冶金が他の加工方法に比べ非常に高い伸び率を示していることがわかる。

最近では、従来の金型を使用したプレス成形法に加え、HIPに代表される高圧密化技術の発達に伴って、粉末ハイスなどのように従来の溶製法では得られなかったような高品質、高性能のものが得られるようになってきた。また、粉末を用いた異種金属への肉盛り法の適用が盛んになり、HIPによる複合材料や微粉末を利用した射出成形法なども各方面で熱心に開発が進められており、今後ますます発展していくものと期待される。

このような粉末冶金の発達は、粉末製造技術の

発達があって初めて可能であり、特に1950～60年代に量産技術として発展した溶湯噴霧法に負うところが大きい。

溶湯噴霧法は、噴霧媒体により図2²⁾のように分類されるが、これらの各方法は、要求される粉末の諸特性によって使い分けられる。

本稿では、粉末製造法のうち溶湯噴霧法、なかでも量産プロセスとして最も代表的な水噴霧法とガス噴霧法を中心にその進歩について概説する。

2. 水噴霧法による粉末の製造

2.1 粉末製造方法

水噴霧法は、噴霧媒体として高圧水のジェットを用いる方法である。水噴霧法により製造された粉末は、水によって粉末表面が酸化されるので乾燥後一般に、還元一解粒工程を含む。ただし、ステンレス系などでは酸化の度合いが低いので含まないのが普通である。

溶解設備は、通常需要規模で決まり、鉄粉、低合金系などの需要の多いものでは10 t ないし30 t くらいまでのアーク炉が、ステンレス系などの高合金では数100kg ないし2 t 規模の高周波誘導炉

1988年10月21日 受付

*大同特殊鋼㈱取締役粉末事業部長

図1 金属加工工業の成長率の比較

が主として使用されてきている。従来、鉄粉系、ステンレス粉系ともに溶解された溶湯は、大気中でそのままタンディッシュに移された後高圧水ジェットにより粉碎されたが、最近における粉末冶金製品の高品質化にともない、より高品位の粉末を製造する必要が生じ、溶鋼そのものの清浄さが一段と要求されるようになってきた。このため雰囲気溶解や炉外精錬法が一部導入されてきており、今後さらに拡大されて行くことになろう。

タンディッシュについては、温度低下によるノズル閉塞対策として従来から主として予熱が行われてきた。しかし、最近の需要の増加にともないこれも大型化傾向にあり、誘導加熱によるタンディッシュの保温³⁾や注湯ノズルの抵抗加熱⁴⁾などの方法が行われるようになってきた。

噴霧に使用される高圧水ジェットとしては、V型と逆円錐型が代表的である。一般に逆円錐型の方が効率がよく、操作性は、V型の方がよいといわれており、操作性や粉末特性コントロールなど目的によって使い分けされている。また通常のプレス成形用粉末に対しては、数10kg/cm²ないし約150kg/cm²の高圧水ジェットが使用されるが、射出成形用などでは、平均10μm以下の微粉末が要求されるため、500kg/cm²以上の高圧水ジェッ

図2 アトマイズ法の種類

トが使用される⁵⁾。噴霧圧と粉末粒径については、経験的に

$$\bar{D} = 794 P^{-0.756} Q^{-0.22} L^{0.15} q^{0.15} \dots\dots\dots(1)$$

$\bar{D}$: 平均粒径(μm)

P : 噴霧圧力(kg/cm²)

Q : 噴霧水量(l/min)

L : ノズル粉化点間距離(cm)

q : 溶湯流量(l/min)

が得られており⁶⁾、最近では1000kg/cm²の高圧水ジェットが実用化されてきているため微粉末が歩留りよく製造できるようになった。微粉末では、従来のプレス成形用粉末に比べ非常に表面積が大きく酸素が高くなりやすい。このため乾燥は、真空中で低温で行う方法が一般にとられる。

2.2 噴霧条件と粉末性状

粉末の製造においては、当然のことながら粉末特性のコントロールが要求される。粉末特性によらず噴霧条件の影響は表1⁷⁾に示すように複雑であり、特性に影響を及ぼす諸条件をできる限り一定にたもち、狭い幅の範囲にコントロールすることが必要である。

粉末の圧縮性については、Cが重要な役割をはたす。Cは、粉末自体のかたさを著しくあげるのでできる限り低く抑えることが望ましく、またNもCと同様の働きがあるのでC+Nで管理する⁸⁾ケースが多い。このため原料面からの制約が大きくなりコストを引き上げる原因となっている。しかし先に述べた炉外精錬などの導入により低廉材料も使用できるようになり、今後は改善されて行く

表1 溶湯噴霧の条件と粉末性状の関係

ことになろう。

粉末の見掛け密度は、通常 $2.5 \sim 3.0 \text{ g/cm}^3$ に調整されるが、フィルタなど特殊な用途には 1.5 g/cm^3 程度のものも要求されるようになってきている。見掛け密度はノズルのタイプにより大きく変わるが、噴霧圧や冷却水のレベルによってもコントロールが可能である。成分としては、Si, Mn が大きな影響を持っている⁹⁾ことが知られており見掛け密度のコントロールに重要な役割をはたしている。このような各種要因を適宜組み合わせることにより、上記のような広範囲にわたって精度のよいコントロールが可能になってきている。

2.3 最近の合金粉末に関する動向

粉末冶金の進歩により粉末への要求は、段々厳しくなっている。このような要求に応えるため粉末にも新しい潮流が押し寄せてきている。以下にこれらの中のいくつかについてふれてみたい。

(1) 機械部品用低合金鋼粉末

特に自動車部材として高強度が要求されるにつれ、プレミックス粉にかわり偏析のない均質な組織が得られるブレアロイ粉の採用が増えてきている。低合金鋼粉としては、コストならびに焼入特性などの面から Ni, Mo に代わり Cr, Mn などが合金元素として選ばれるが、これらは、噴霧中に酸化し易く従来の製造方法では、十分な特性を得

ることはできない。このため C をあらかじめ添加しておき、高温の真空還元による CO 反応によって、酸素を低減させ圧縮性の優れた粉末が得られる¹⁰⁾ようになった。この他、酸素が低く圧縮性の優れた粉末を製造する方法として、噴霧媒体として油を使用する油噴霧法¹¹⁾もある。

また高強度部材用として部分拡散合金粉末の発達がある。この種の粉末は、高温での熱処理により鉄粉もしくは圧縮性を損わない程度の合金を添加した母粉末に Cr, Ni, Mo, Cu などの元素粉もしくは合金粉を拡散結合させたものであり、プレミックス粉に劣らない圧縮性をもっているのが特徴^{12), 13), 14)}とされる。最近、さらに C をバインダにより接着させた粉末が開発され、混合時の C 偏析を解消させた粉末¹⁵⁾として注目されている。現在、各社が競ってこの分野において新粉末を発表しており今後の動向が注目される。

(2) 耐摩耗性合金粉末

この種の粉末の用途例としては、自動車用のバルブロッカーアームチップとカムシャフト用カムピース¹⁶⁾がある。鋼種としては、冷間ダイス鋼もしくはハイスの系統が主で、最終成分として 2% 程度の C を含み Cr, W, Mo などの炭化物によって耐摩耗性を得るものがほとんどであり、液相焼結により高密度化をはかっており急速に需要がのびている。従来の焼結品とは異なった分野での成功例として注目される。

(3) 射出成形用粉末

最近高圧水噴霧技術が確立され、 $10 \mu\text{m}$ 以下の粉末が容易に得られるようになり、射出成形用粉末としての用途が期待されるようになってきた。微粉末は、図 3 に⁹⁾示すごとく高い焼結密度を有し、焼結性が優れている。同時に有機バインダと混練し射出成形することにより、3 次元形状のものが得られるので注目されている。しかし本格的な量産技術に至るまでには、脱バインダや寸法精度のコントロールなど改善を要する技術テーマも多く、実用化にはなお時間を要するものとおもわれる。

3. ガス噴霧法による粉末製造

3.1 粉 末 製 造

ガス噴霧において使用されるガスは N_2 ガスが主で、特に窒素による汚染が懸念される場合には、

図3 高圧水噴霧により製造した微粉末の焼結挙動

Arガスが使用される。ガス噴霧法では、水噴霧法のような脱水・乾燥工程がないので工程が非常にシンプルとなる。

しかしガス噴霧粉は、水噴霧粉と異なり粉末表面の酸化が非常に少ないため、これをHIPなどにより加工することによって性能の非常に優れたものを製造することができる。このためには粉末清浄度の確保も非常に重要となる。

溶解は従来、超合金などの特殊なケースを除き数100kgの高周波誘導炉が使用されてきた。しかし最近では、水噴霧と同様、雰囲気溶解ないしは炉外精錬が常識になりつつあるが、水噴霧に比べより高いレベルの操業技術が要求される。

タンディッシュについても変化がみられ炉外精錬用に使用した取鍋をそのまま使用する方法が実用化されており、誘導加熱や底部からの出湯技術の確立と併せて従来に比べ格段に清浄な粉末が安定して得られるようになってきた。高合金分野では、真空誘導炉の設置もなされてきており¹⁷⁾今後さらに、高品位化、高合金化が進もう。ガス噴霧のノ

ズルは、タイプとしては、水噴霧と特に異なることはなく逆円錐型のリングノズルもしくは、ペンシルタイプのノズルが使用されている。一般に、ガス圧は10~40kg/cm²が使用されており、歩留りをあげるためにはLubanskaの実験式¹⁸⁾

$$X_m/D = K \left[\frac{\nu_m}{\nu_g W} \left(1 + \frac{M}{A} \right) \right]^{\frac{1}{2}} \dots\dots\dots(2)$$

X_m : 幾何平均粒子径

D : 溶湯流径

ν_m : 溶湯の粘性

ν_g : ガスの粘性

W : ウェーバーナンバ

M : 熔融金属の流量

A : 噴霧媒体の流量

からもわかるようにガス流量を上げる必要がある。しかしガス噴霧におけるガスの使用量は、ガス噴霧のコストを引き上げる要因となるのでArなどの高価格ガスではリサイクルが図られる¹⁹⁾。また粉碎効率を上げるためラバール型のノズルにより超音速のガスジェットを得る方法や後に紹介する超音波ガス噴霧方法などが報告されており実用化に向かっていくものと思われる。

チャンバは、ガス噴霧において極めて重要な役割を果たす。チャンバとしては、縦型と横型があり、横型の方がイニシャルコストが低くてすむ²⁰⁾とされているが、品質的には特に差異は無いといわれている。

粉末の品質には、チャンバ内の雰囲気が大きく影響を与える。チャンバ内に酸素が存在すると粉末の表面酸化が進み、HIP後の品質劣化につながる²¹⁾のでチャンバ内のガス置換や結露防止のため各種の対策²²⁾が行われる。

噴霧された粉末は、無酸化雰囲気中に保たれた容器内で冷却された後分級されて製品となるが、介在物レベルの厳しいものについては、磁選が行われることがある。しかし非磁性のものでは、磁選が適用できないため電界、磁界の双方をかけることにより介在物の除去をはかれる²³⁾ようだがコスト的にも高くなり、ハンドリングにも煩雑さが加わるので超合金以外にはあまり実用的ではない。むしろ溶解・噴霧工程でできる限り介在物の除去を行い、比重差を利用した気流分級などとの併用で高品位を得ることの方が得策と思われる。

3.2 ガス噴霧粉の利用

ガス噴霧粉は、水噴霧粉と異なり、球状であるためプレス成形ができない。このためCIP、HIPなどの静水圧成形法を用いねばならない。しかし水噴霧粉とは異なり、粉末表面が清浄でありかつ写真1からも良く分かるように通常の造塊法に比べると格段に早い速度で冷却されるため偏析の非常に少ないものが得られる。このため、HIP加工などにより従来の溶製材では得られなかった高品質、高性能な材料が得られるようになった。

図4、写真2は、このような粉末を加工して得られたPMハイスの特性とミクロ組織である。従来の溶製法に比べ格段に靱性の優れ、かつ炭化物が均一微細に分布したものが得られている。

またガス噴霧粉を熱間で押し加工²⁴⁾することにより溶製法では分塊できなかったものが製造可能になることが報告されている。この方法で粉末から高合金チューブを直接製造する方法がスウェーデンで開発されており、日本のメーカ2社が技術導入をした。

一方、HIP技術の発展により注目されるのは、射出成形用シリンダにおいて成功した例にみられるような異種材料を拡散接合する方法²⁵⁾が盛んになってきていることである。このような各種の加工方法の発達により、ガス噴霧粉の今後の用途拡大が期待される。

次にガス噴霧粉は、球状であるため流動性が良

いので、これを活用したものに溶射肉盛り法²⁶⁾がある。現在自動車用バルブの肉盛り法として実用化されている。

3.3 その他の噴霧法

これまで述べてきた噴霧法は、量産プロセスと

図4 溶製ハイスと粉末ハイスの抗折力の比較

粉末粒子 粒子径 180μ 鋼種 SKH57相当	ESR鋼塊 (1.0t) 鋼塊径 385φ 観察位置 M部-1/2 D 鋼種 SKH51	一般溶製鋼塊 (1.3t) 鋼塊径 上径 435φ 下径 319φ 観察位置 M部 中心 鋼種 SKH51
ハイス粉末 (X1000)	溶製ハイス (X100)	(X100)

写真1 粉末及び鋼塊状態でのミクロ組織

PM ハイイス (DEX 40) 溶製ハイイス (SKH 57)

 $\times 400 \times \frac{7}{10}$

写真2 粉末ハイイスのミクロ組織

してすでに確立したものであるが、さらにクリーンな粉末を製造する方法として真空アトマイズ法、回転電極法、回転ディスク法など²⁷⁾がある。これらは、極めて清浄な粉末が得られるものの、大量生産向きのプロセスとはなりにくく今後とも超合金や、Ti合金などの特殊な用途に限定されるものと思われる。

また通常的气体噴霧法では、さらにガス圧を高くしてもガスジェットの速度はそれほど上がらず、微粉化を促進することはあまり期待できない。超音波ガス噴霧法は、このような限界を破るものとして研究されている。超音波ガス噴霧法²⁸⁾は、Hartman型衝撃波ノズルの使用によりマッハ2に達するガス速度を得ることができ、粒度分布も細粒化するといわれる。

さらに、ガス噴霧技術を応用したものに、溶湯をガスで粉化し半凝固の段階でそのまま他の材料に溶着させるオスプレー法²⁹⁾が知られており、複合材料の製造プロセスとして特にロールなどの製造法に利用されている。

4. 結 言

以上粉末冶金の発達を支えてきた金属粉末の製造技術について、その進歩の過程と現状を紹介した。

粉末冶金技術の発展に呼応して、粉末の用途開発は、むしろこれからといえよう。

溶湯噴霧法による金属粉末の製造は、いわゆる「マイクロインゴット製造プロセス」であり、イ

ンゴット法、CC法、再溶解法に続く第4のインゴットイズム (Ingotism) として粉末の特質を生かした材料設計とあいまって、多くの夢を実現するプロセスであると期待している。

(文 献)

- 1) 通産省：機械統計月報
- 2) 阪本：第82, 83西山記念技術講座 (1982), 70 [日本鉄鋼協会]
- 3) ASEA Metallurgy, ASEA CALID, カタログ
- 4) 特開昭63-114908, ガスアトマイズ装置
- 5) 武田, 皆川：粉体および粉末冶金, 25(1978), 213
- 6) 林, 鈴木, 久田：電気製鋼, 58 (1987), 243
- 7) 加藤, 草加：日本金属学会会報, 18 (1979), 624
- 8) 草加：粉体および粉末冶金, 29 (1982), 71
- 9) 加藤, 草加：粉体および粉末冶金, 22 (1975), 1
- 10) 大和, 小倉他：川崎製鉄技報, 18 (1986), 270
- 11) 鳥野, 神代：素形材, (1986) 6, 1
- 12) HOEGANES 社, HOEGANES Diffusion Alloyed Powder, カタログ
- 13) 峰岸：第12回粉末冶金事例発表会 (1986), 71
- 14) 佐久間：第12回粉末冶金事例発表会 (1986), 79
- 15) HOEGANES 社, A New Standard for Press-ready Mixes, カタログ
- 16) 鈴木：内燃機関, 26 (1987), 45
- 17) MPR, 43 (1988), 405
- 18) H.Lubanska: J.Met., 22 (1970) 2, 45
- 19) 加藤, 草加：鉄と鋼, 70 (1984), 305
- 20) T.J.Johanisson, H.G.Larsson and E.Westman: Modern Develop. Powder Met., 12 (1981), 131
- 21) P.Hellman: Atomization Progress Current and Future Int. Powder Met. Conf. (1984), 46
- 22) 特開昭62-127406, アトマイズチャンバ内のガス置換法
- 23) H.E.Mobius: P/M Super Alloys Current and Future Int. Powder Met. Conf. (1984),

- 37
- 24) C. Tornberg, 1984 Int. Conf. on New Develop. in Stainless Steel Tech., 17-20 Sept (1984)
- 25) 大橋：金属, (1986) 5, 14
- 26) 竹内, 永田：電気製鋼, 55 (1984), 4
- 27) Lawley: Atomization Progress Current and Future Int. Met. Conf., June 17-22 (1984), 1
- 28) N J Grant, J.Met., 35 (1983) 1, 20
- 29) G.R.Dunson, A.G.Leatham and M.I.Negm: Int. Powder Met. Conf., (1981)