新技術・新製品

金属液体の多段階粉碎技術の開発と急速凝固球状微細粉末の作製

王 新敏, 井上 明久, 木村 久道

東北大学金属材料研究所, 〒980-8577 仙台市青葉区片平 2-1-1.

Development of Multistage Pulverization Technique for Metallic Liquids and Production of Rapidly Solidified Spherical Metallic Powders with Fine Sizes

XinMin Wang, Akihisa Inoue and Hisamichi Kimura

Institute for Materials Research, Tohoku University, 2-1-1 Katahira Aoba-ku, Sendai 980-8577, Japan.

Received October 29, 2007

1 開発の背景, 目的

複雑形状の金属部品の成形技術として注目されている粉末射出成形用や自動車塗料用などの金属粉末には平均粒径 $10\mu\text{m}$ 以下の微細粉末が要求されている^{1,2)}。また, 粉末冶金製品の組織の緻密性や流動性を向上させるために, 原料粉末の球状化が要望されてきた^{3,4)}。さらに, 新素材を開発するための素材として重要であるナノ結晶や金属ガラスなどの非平衡組織を有する微細粉末の大量生産技術の開発が強く求められている^{5,6)}。しかし, 現時点で低コスト, 平均粒径 $10\mu\text{m}$ 以下の非平衡球状微細粉末の生産技術は無く, 微細粉末は分級により得られており, 量的, 質的および効率的にも問題を抱えている。

今日まで報告されている急冷凝固による粉末製造法はガスアトマイズ, 水アトマイズ, 遠心アトマイズなどの単一段の粉碎方法である⁷⁻¹⁰⁾。我々は合金液体の多段階粉碎方法を開発して, 非平衡相をもち, 球状で, しかも, 平均粒径 $10\mu\text{m}$ 以下の微粉末を低コスト, 高効率, 大量に作製できる技術の確立を目指した。そこで, 新しい多段階粉碎技術を開発する

ことにより, 平均粒径 $10\mu\text{m}$ 以下の急速凝固球状微細粉末の作製に成功した。

2 技術の内容, 特徴

本技術を確立するために, Fig.1に示した多段階粉碎装置を開発した。本装置の特徴として, ガスアトマイズの溶湯ノズル直下に, 多段階粉碎用の衝突体として回転ディスクと回転傘ロールを設けている。回転ディスク直径は 600mm であり, 回転速度は 18000rpm までの範囲内で調節し, 逆方向へ回す回転ロールの回転速度は 200rpm までの範囲で調節することができる。回転ディスクは溶湯ノズルから直下の $50\sim 250\text{mm}$ 幅の範囲で昇降でき, 溶湯ノズルの中心から 250mm の箇所に偏心させて設置した。回転ディスクの温度上昇を防止するため, 冷却水を用いた。冷却水の流量は 55L/min までの範囲で調節した。

多段階粉碎装置における粉碎原理をFig.2に示す。溶湯を一

Fig.1 Schematic illustration of a multistage crush apparatus for metallic liquids.

Fig.2 Schematic illustration of crush mechanism for metallic liquids in the multistage crush method.

次ガスアトマイズ粉碎法で粉碎して得た粉末には、一定の距離内で凝固した小粒子、半溶融の中等サイズの粒子および溶融状態の大粒子が混在している。溶融及び半溶融状態の未凝固粒子を標的にして、回転ディスクおよび傘型ロールにより再粉碎することが本技術の鍵である。Fig.3 (a) は高速回転ディスクにより溶湯粉末が衝突した瞬間の粒子の変形挙動を示している。衝突の瞬間に粒子が引っ張られて長い帯尾状になっている。粉碎粒子は Fig.3 (c) の模式図に示すように帯尾状の形状を呈している。この帯尾状の粒子は飛散してから微粉末になったと推察される。Fig.3 (b) に示した拡大写真は、高速回転ディスク上で未凝固粒子が完全に粉碎されたものである。図は、衝突瞬間の現象を示しており、ガスアトマイズ後の未凝固粒子が回転ディスクにより再粉碎できることを証明している。これは、本装置を用いた多段階粉碎方法の有用性を示している。また、凝固中の粒子は回転体に衝突後、回転体の接線方向へ自転しながらその表面に沿って飛散するため、球状となりやすい。また、粉碎された微細粉末は従来の粗大粉末より熱が散発しやすく、急冷効果があるため、ナノ結晶やガラス相などの非平衡組織となりやすい。

多段階粉碎技術では、噴霧ガスの粉碎力と回転体の衝撃力との粉碎バランス調整は非常に重要である。第一段目に大きい噴霧圧力で十分に粉碎すれば、一定の距離内で溶融粒子が凝固を完了してしまい、回転体の衝撃力をいくら大きくしても無駄となる。逆に、溶融粒子のサイズが大きくなり、量も多い場合には、衝撃力が不足することになる。また、大粒径の溶融粒子は熱量が大きく、回転体表面で堆積する可能性がある。従って、合金組成により溶湯温度、流量、ガス圧力、ディスク回転速度、回転ディスクの設置距離、冷却媒体などの制御は非常に重要である。

多段階粉碎技術を用いて作製した粉末の粒度分布を Fig.4 (a) に示す。平均粒径は約 $10\mu\text{m}$ であり、シャープな粒度分布を持っている。また、Fig.4 (b) の SEM 像に示すように、粉末は

ほぼ球状であった。アモルファス相が生成する Fe-3.5C-2.7Si-0.4B (mass%) 合金¹¹⁾ を用いて粉末を作製した結果を Fig.5 に示す。通常的气体アトマイズ方法で作製した粉末と多段階粉碎法で作製した粉末の X 線回折図形を比較すると、ガスアトマイズ粉末には結晶相の回折ピークが見られるが、多段階粉碎粉末はアモルファス相となっており、多段階粉碎粉末は十分に高い急冷速度で生成したことを示している。すなわち、粉

Fig.4 (a) Particle size distribution of Cu powder, (b) SEM image of the as-prepared Cu powder.

Fig.3 (a) Micrograph revealing crushed trace of Cu powder with a rotational disk, (b) enlarged micrograph of (a), (c) illustrated image of (b).

Fig.5 X-ray diffraction patterns of the Fe-3.5C-2.7Si-0.4B (mass%) alloy by multistage crushing method and conventional gas-atomization method.

砕された微細粉末では粗大粉末より熱が散発しやすく、急冷効果が高まり、アモルファス相やナノ結晶などの急冷組織の生成が容易になったと考えられる。

3 用途、適用範囲

多段階粉碎技術は急速凝固組織を有する球状微細粉末を省エネルギー、低コスト、高効率、大量に生産することができるので、粉末冶金用粉末、MIM用粉末、溶射用粉末、急冷組織を有する磁性用粉末などに適用可能である。

4 今後の展開

本技術はすでに大手企業において年産約600トン以上の非鉄合金球状微細粉末の生産技術として実用されている。平成19年に本技術は日本の超一流の大手企業の2社にも採用され、装置を投入した。すでに、試作品の生産を始めている。そこで、今後も種々な金属合金粉末の製造技術として利用され

るものと確信している。

我々は、今後さらなる微粉末の作製技術の開発に挑戦することを目指している。

5 特 許

特許第3271713号：“多段階分裂及び急冷による粉末の作製方法”。

文 献

- 1) R.H.Tanaka: New Materials/New Metals and Recent Production & Processing Technologies, Kakougijutu, (1988) 322-323.
- 2) JIM: Metal Data Book Kaiteidai3han, (1993)261-264.
- 3) K.Minagawa and K.Harada "Production of Metal Fine Powder", Patent, No.3511082.
- 4) Takada and Kawai: "Effect of Delubricating Conditions on Dimensional Change in Sintering of Fe-Based Powder Compacts", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **41**(1998) 1150-1156.
- 5) H.Shingu and K.Kobayashi: "Rapid Solidification of Light Metals", J. Jpn. Inst., Light Metals, **31**(1981)194-496.
- 6) H.Shingu: "Production and Property of Fine Powders", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **46**(1999)1234.
- 7) J.M.Wentzell: Method for Powdering Metals, U. S. Patent 3 510 546.
- 8) W.M.Gardiner: Electrolyte for Storage Batteries, U. S. Patent 1 389 750.
- 9) A.R.Kaufmann: Method and Apparatus for Making Powder, U. S. Patent 3 099 041.
- 10) R.Paul: Apparatus for Producing Metal Powder, U. S. Patent 4 078 873.
- 11) A.Inoue and X.M.Wang: "Bulk Amorphous FC20(Fe-C-Si) Alloys with Small Amounts of B and Their Crystallized and Mechanical Properties", Acta Mater., **48**(2000)1383-1395.