研 究

噴霧鋼粉の酸素量に及ぼす噴霧条件の影響*

岡山 昭**, 添野 浩**, 安藤 寿**

Akira Okayama, Kô Soeno and Hisashi Andô: Effects of Atomizing Variables on Oxygen Contents of Steel Powders.

Steel powders, JIS SCM3 and SKH9, have been made by water and argon atomizations followed by water cooling. Oxygen contents of steel powders have been investigated as a function of atomizing variable.

Increasing the cooling velocity of powders is considerably effective to decrease oxygen contents of powders. In water atomization, it is considerably effective for decreasing oxygen contents of powders to construct a pipe for conducting the mixture of water and molten droplets underneath the atomizing nozzle. In argon atomization, the cooling velocity of powders is increased by increasing the pressure of argon and by decreasing the distance from the end of the argon nozzle to cooling water.

(Received February 24, 1977)

I 結 言

最近、高速度鋼の噴霧粉を熱間静水圧々縮、熱間加工などで緻密化して工具を製造する方法が注目されている¹⁻⁶⁾。これは急冷された噴霧粉を使用することで、従来のインゴット・プロセスでは得られない著しく微細で均一な組織の工具を製造できるためである¹⁻⁸⁾。

一般に、原料粉末は酸素量の少ないものを用いることが必要で、このため Ar ガスで噴霧し Ar 中で冷却して粉末の酸素量を低減する方法が注目されている^{1,3)}。例えば高速度鋼噴霧粉の酸素量は、Ar 噴霧-Ar 中冷却で約0.005~0.02%、Ar 噴霧-水中冷却の方法では約0.05~0.1%、水噴霧粉の酸素量は約0.1~0.5%に達するといわれている³⁾。しかし粉末中の酸素量が多いとされている水噴霧および Ar 噴霧-水中冷却などの方法について、粉末の酸素量を低減することを検討した報告⁹⁻¹²⁾は比較的少ない。そこで本報では、これら2つの方法で高速度鋼および Cr-Mo 鋼の粉末を製造し、粉末の酸素量と噴霧条件との関係を検討した結果を報告する。

II 実 験 方 法

II-1 噴霧ノズルおよび噴霧装置

実験に用いた装置のうち、噴霧ノズル近傍の図解を Fig. 1 に示す。水噴霧ノズルはペンシルジェット式および環帯円錐式の2種類である。噴霧角 60° のペンシルジェットの噴出口は12ヶでネジ込式とし、口径を 2~5 mm まで変化させて噴霧水量を調整した。環帯円錐式は噴霧

角 50°、突出長 0.5 mm、環帯幅 1.0 mm である。Ar ガス噴霧には噴霧角 60°、突出長 0.5 mm、環帯幅 0.7 mm の環帯うず巻式ノズルを用いた。なお、水噴霧の場合には Fig. 1 (a) に示すように噴霧粉が直接タンク⑤に飛散する方法（以下開放型とよぶ）と(b)に示したように噴霧ノズルの下に長さ 60 cm（一定）、内径 30~80 mm に変化した導水管⑥を取り付け、高圧水と噴霧粉がこの導水管を通してタンク⑤に流出する方法（以下密閉型とよぶ）とを実施し、ペンシルジェット式は開放型と密閉型を、環帯円錐式は密閉型を行なった。

噴霧の順序は次のようである。すなわち別に設置した高周波溶解炉で約 2.5 kg の原料を Ar ガスを吹付けながら溶解し、600°~800°C に加熱したルツボ①に注入すると底部に設けられた流出ノズル②から溶鋼が細流となって流出し、噴霧ノズル③から噴出した水または Ar ガスによりタンク⑤内で粉化される。タンク⑤には冷却水④を入れておき、これで噴霧粉を急冷したが、噴霧ノズル端と冷却水面との距離（以下冷却水位とよぶ）を Ar ガス噴霧では 20, 50, 70 cm、水噴霧では 50, 120 cm と変化した。一方 Ar ガス噴霧の場合はタンク内で冷却水が満たされていない空間を Ar あるいは大気とし、雰囲気の影響も検討した。

噴霧圧力は Ar ガス噴霧で 8, 10, 13 kg/cm²、水噴霧ではいずれの噴霧ノズルを用いた場合も 60 kg/cm² であ

* 昭和52年2月24日受理

** (株)日立製作所日立研究所
〒317 茨城県日立市幸町3-1-1

Fig. 1 Illustration of atomizer.

- (a): Open type water atomization by using the pencil jet nozzle.
 (b): Close type water atomization by using the conical jet nozzle.
 (c): Argon gas atomization by using the spiral jet nozzle.
 ① Crucible ② Molten metal nozzle ③ Atomizing nozzle ④ Cooling water
 ⑤ Tank ⑥ Pipe for conducting water and metal powders.
 H: Distance from the end of the atomizing nozzle to the cooling water.
 D: Dia. of pipe for conducting water and metal powders.
 d: Dia. of molten metal nozzle.

Table 1 Chemical compositions of remelting stocks (wt%).

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	W	V
JIS SCM3	0.35	0.29	0.61	0.009	0.010	1.07	0.18	—	—
JIS SKH9	0.82	0.20	0.33	0.021	0.001	4.07	4.85	6.35	1.88

る。ペンシルジェット式の場合、噴霧水量を 180～620 l/min の範囲に変化させたが、環帯円錐式の場合は 570 l/min 一定である。

このようにして得た粉末は脱水後アルコールで洗浄し、再度脱水機にかけて大気中で攪拌しつつ加熱（約 40°～60°C）して乾燥した。

Table 1 に溶解原料の化学組成を示す。SCM3 は主としてペンシルジェット式水噴霧の実験に用い、SKH9 は環帯円錐式水噴霧および Ar ガス噴霧に用いた。

なお、噴霧条件が上述のように多様化したため、本文の図表には噴霧条件の一部を次のような記号を用いて表わした。d = 溶湯ノズル直径、D = 導水管直径、P = 噴霧圧力、Q = 噴霧水量、H = 冷却水位。

II-2 噴霧粉の酸素量測定

回収した粉末を篩分けし、水噴霧粉は -60 mesh, Ar ガス噴霧粉は -32 mesh について酸素量を測定した。SKH9 の酸素量は真空溶融ガス分析法で測定したが、SCM3 は還元減量試験法によった。すなわち透明石英管の中で十分恒量としたアルミナ質燃焼ボート（10mm × 7mm × 60mm）に粉末を 4～5g 入れ、水素（露点 -70°C, 酸素量 0.1 p.p.m.）を 100 ml/min で流しながら 1100°C, 1 hr 加熱し、加熱前後の重量変化をもって酸素

量とした。なお、水素中で加熱するため粉末は脱炭するので、加熱前後の炭素分析を行ない、炭素の変量は酸素量から除いた。

III 実験結果および検討

III-1 水噴霧鋼粉の酸素量

(i) ペンシルジェット式水噴霧による粉末

Table 2 は、開放型および密閉型で水噴霧した SCM3 と SKH9 粉末の酸素量の一例を示す。密閉型噴霧の粉

Table 2 Oxygen contents of water atomized powders (%). (Atomizing nozzle: pencil jet type.)

	SCM3	SKH9
Open type water atomization	4.52	1.01
Close type water atomization	1.57	0.57

d: 5 mm

Vol. of water per min., Q: 570 l/min

Pressure of water, P: 60 kg/cm²

Dia. of the pipe for conducting water and metal powders, D: 80 mm

H: 120 cm

Photo. 1 Open type water atomization by using the pencil jet nozzle.
(a) Water jet.
(b) Atomizing molten steel with water jet.

末は、開放型噴霧の粉末より酸素量が著しく少ない。ここで両噴霧型式の相違を考えてみる。開放型噴霧の状況を明らかにするため、噴出口を4ケにした場合の例をPhoto. 1に示すが、溶鋼細流が水流ジェットに当たり溶滴となった後、水流ジェットの外に飛散する状況がみられる。このように飛散した溶滴の凝固速度は小さいと推定され、Photo. 2 (a) のように球状粉末の混入が多い。すなわち開放型では、水流ジェットの冷却効果を各溶滴に平均して与えるのが困難となり、高温に保持される期間が比較的長い粉末が生じ、空気や水蒸気の酸化作用を多くうけると考えられる。一方密閉型は、Fig. 1 (b) から推定されるように、水流ジェットと噴霧粉が導水管を通して噴霧タンクに押し出されるため、開放型にみられるような飛散溶滴はなくなる。さらに粉末の周囲に発生する水蒸気膜も、水流ジェットにより破壊されやすくなり、粉末は急冷され酸素量が低減すると考えられる。密閉型で得られた粉末の断面写真をPhoto. 2 (b), (c) に示すが、導水管直径の大小により粒形や酸素量に変化している。導水管の直径が太い場合、粒形は十分不規則

にならず、酸化皮膜に覆われた球状粉末も混入している。しかし導水管直径が細くなると溶滴は水流ジェットに強く作用され、粒形は不規則で-100 mesh 収量が増加し、粉末の酸素量も低減する。 $Q=5701/\text{min}$ の条件において、導水管直径が酸素量および-100 mesh 収量に与える影響をFig. 2に示す。

Fig. 3 はペンシルジェット式噴霧ノズルを用い、密閉型 ($D=80\text{ mm}$) で噴霧したSCM3 粉末の噴霧水量と酸素量との関係である。噴霧水量が粉末の酸素量に与える影響は顕著で、 $180\sim 630\text{ l/min}$ の範囲では水量の増加にともない酸素量が直線的に低下する。噴霧水量が少ない場合、導水管内を水流ジェットで十分みたせず空隙を生じ、粉末の冷却速度も減少すると考えられる。粉末の酸素量を十分低減するには、導水管を流出する水量を増加し、粉末周囲の水蒸気膜を破

Fig. 2 Effect of the diameter, D on the oxygen contents of water atomized SCM3 powders.
(Close type atomization by using the pencil jet nozzle.)

$d: 10\text{ mm}$, $Q: 5701/\text{min}$, $P: 60\text{ kg/cm}^2$, $H: 120\text{ cm}$

Photo. 2 Cross sections of water atomized steel powders (SCM3). $\times 120$
(a): Open type water atomization, oxygen: 4.52%
(b): Close type water atomization ($D=80\text{ mm}$), oxygen: 1.42%
(c): Close type water atomization ($D=30\text{ mm}$), oxygen: 0.74%

Fig. 3 Effect of the water flow on the oxygen contents of water atomized SCM3 powders.
(Close type atomization by using the pencil jet nozzle.)
 d : 5 mm, P : 60 kg/cm², D : 80 mm

Fig. 4 Effect of the diameter, D on the oxygen contents of water atomized SKH9 powders.
(Close type atomization by using the conical jet nozzle.)
 d : 4 mm, Q : 570 l/min, P : 60 kg/cm², H : 50 cm

壊して粉末を十分急冷することが重要である。なお、Fig. 2 で明らかなように、噴霧水量が一定の場合には、導水管の直径を絞ると、粉末の冷却速度を大きくでき酸素量は低減する。

密閉型の水噴霧では、導水管を取り付けることで噴霧時に噴霧媒出口付近が水流ジェットのために減圧されるので、溶鋼は吸引されつつ噴霧され、噴霧時間も短縮される傾向が認められた。

(iii) 環帯円錐式水噴霧による粉末

Fig. 4 は環帯円錐式噴霧ノズルを使用し、密閉型で水噴霧した SKH9 粉末の導水管直径と酸素量との関係を示す。ペンシルジェット式噴霧ノズルを用いた場合と同様、導水管直径が細くなるに従い粉末酸素量は低下している。粉末酸素量に与える冷却水位の影響は Fig. 5 に示すようで、冷却水位が短いと酸素量は著しく低減する。そして $H=50$ cm, $D=30$ mm の場合、得られた SKH9 粉末の酸素量は 850~1100 p.p.m. となった。このように冷却水位が粉末の酸素量に大きな影響を与えるという

Fig. 5 Effect of the distance, H on the oxygen contents of water atomized SKH9 powders.
(Close type atomization by using the conical jet nozzle.)
 d : 4 mm, Q : 570 l/min, P : 60 kg/cm², D : 50 mm

Table 3 Effects of the diameter of the molten metal nozzle on the oxygen content and the weight percent of -100 mesh powders.
(Close type water atomization by using the conical jet nozzle.)

Dia. d (mm)	Oxygen (p.p.m.)	-100 mesh (wt/o)
4	873~1103	93.8
5	1005	91.0
8	1335	88.8

Q : 570 l/min, P : 60 kg/cm², D : 50 mm, H : 50 cm

ことは、密閉型の噴霧条件であっても導水管内で噴霧粉がなお十分には冷却されないことを示唆している。次に導水管直径を 50 mm, 冷却水位を 50 cm とし、単位時間当りの溶鋼流出量を変えた場合、粉末の酸素量がどのように変化するのかが検討した。結果を Table 3 に示すが、溶鋼流出量の少ない方が粉末酸素量は低下する傾向にあり、また -100 mesh 収量も増加している。

以上のことから、水噴霧法で粉末の酸素量を低減させるには、① 噴霧型式を密閉型にする、② 導水管直径を細くする、③ 冷却水位を短くする、④ 噴霧水量を増加することなどが有効で、また溶鋼流出量は少ない方がよいことも明らかとなった。これらはいずれも噴霧粉を急速に冷却する条件に相当するので、冷却速度を大きくするほど粉末の酸素量は低減するといえる。

III-2 Ar ガス噴霧鋼粉の酸素量

ここでは、SKH9 を Ar ガスで噴霧し、水中に冷却して捕集する方法で製造した粉末の酸素量と噴霧条件との関係について述べる。噴霧圧力の影響を Fig. 6 に、冷却水位の影響を Fig. 7 に示す。Fig. 6 の場合、噴霧タンク内で冷却水がみたまされていらない空間を大気のままと

Fig. 6 Effect of argon pressures on the oxygen contents of SKH9 powders.
 d : 4 mm, H : 50 cm

Fig. 7 Effects of the distance, H on the oxygen contents and the weight percent of -100 mesh powders.
 d : 4 mm, P : 10 kg/cm²

し、Fig. 7 ではこの空間をあらかじめ Ar ガスで置換した後には噴霧を行なった。

Fig. 6 において噴霧圧力を増加するほど酸素量が低減するのは、噴霧圧力を高くするほど、① 噴霧タンク内が速かに Ar ガスで置換される。② 溶滴が冷却水に入る速度が大きくなる。③ ガス流量が増す。④ 生成粉の細粒が多くなるなどのためと推定される。Fig. 7 の結果から、噴霧タンク内をあらかじめ不活性雰囲気にし、さらに冷却水で噴霧溶滴を急冷させると酸素量が著しく低減する。例えば Fig. 7 の $H=20$ cm の場合に対応する粉末の酸素量 (90~150 p.p.m.) は、通常のインゴット・プロセスにおける溶製材とほぼ同程度とみられる。

Photo. 3 および Fig. 8 に、冷却水位を変化させて噴霧した粉末の形状および平均デンドライト・アームスペースを測定した結果を示す。冷却水位を小さくするほど、溶滴が急速に凝固すると推定され、涙滴状の粉末が増加する。

IV 結 言

水噴霧および Ar 噴霧-水中冷却の噴霧法で高速度鋼 (SKH9) および Cr-Mo 鋼 (SCM3) の粉末を製造し、粉末の酸素量と噴霧条件との関係を検討し次の結果を得た。

(1) 噴霧鋼粉の酸素量は、水噴霧および Ar 噴霧-水中

Photo. 3 Argon atomized SKH9 powders ($\times 16$).
 (a): $H=70$ cm, (b): $H=50$ cm, (c): $H=20$ cm

Fig. 8 Mean dendrite arm spacing vs. powder diameter.
 Ar atomization d : 4 mm, P : 10 kg/cm²
 Water atomization d : 4 mm, Q : 570 l/min,
 P : 60 kg/cm², D : 50 mm, H : 50 cm

冷却のいずれの方法においても噴霧粉の冷却速度に関係があり、噴霧粉を急速に冷却させる方法によって噴霧鋼粉の酸素量を低減することができる。

(2) 環帯円錐式噴霧ノズルによる密閉型の水噴霧法において、導水管直径 30 mm、冷却水位 50 cm、噴霧圧力 60 kg/cm²、噴霧水量 570 l/min、溶湯ノズル直径 4 mm の噴霧条件で SKH9 鋼粉を製造し、その酸素量を 800~1000 p.p.m. 程度に低減することができた。

(3) 環帯うず巻式噴霧ノズルによる Ar 噴霧-水中冷却の方法において、噴霧圧力 10 kg/cm²、溶湯ノズル直径 4 mm、冷却水位 20 cm の噴霧条件で SKH9 鋼粉を製造

し、その酸素量を 90~150 p.p.m. 程度に低減することができた。

なお、SKH9 噴霧鋼粉の酸素量は、真空中で加熱すると容易に 100 p.p.m. 程度に低減できるが、これらの詳細については別に報告⁹⁾した通りである。

本研究を行なうに当たり、有益な御助言を賜った日立金属株式会社竹内久祐博士、末永允博士ならびに日立研究所飯塚富雄部長の方々に深甚なる謝意を表す。

文 献

- 1) I. Strömblad: Proc. Int. Conf. Sci. Tech., Suppl. Trans. ISIJ, **11** (1971), 319.
- 2) 湯河, 他: 粉体粉末冶金協会講演概要集, (1971-11), 67.
- 3) 湯河, 河合: 金属学会々報, **13** (1974), 131.
- 4) 新井, 小松: 鉄と鋼, **58** (1972), 899, 1246, **59** (1973), 738, **61** (1975), 241.
- 5) 工藤, 増田: 鉄と鋼, **58** (1972), 1646.
- 6) 安藤, 岡山, 添野: 鉄と鋼, **61** (1975), 130, 2629, **63** (1977), 1000.
- 7) E. J. Westerman: Trans. AIME, **224** (1962), 159.
- 8) J. C. Freche, R. L. Ashbrook and W. J. Waters: NASA-TN-D-6072 (1970).
- 9) 田村, 武田: 粉体および粉末冶金, **11** (1964), 192, **12** (1965), 25.
- 10) 田村, 鯉川: 粉体および粉末冶金, **15** (1968), 302.
- 11) U. R. Date, G. S. Tendolkar and M. N. Vartak: Inter. J. Powder Met., **3** [2] (1967), 49.
- 12) S. Small and T. J. Bruce: Inter. J. Powder Met., **4** [3] (1968), 7.

分 科 会

焼結金属分科会, 第2小委員会

(昭和52年度)

第1回(公開)議事録

日 時: 昭和52年7月15日(金) 13:30~16:30

場 所: 早稲田大学鋳物研究所会議室

出席者: 熊谷小委員長他13名

経 過: 熊谷小委員長の司会により13時30分より公開の小委員会を開催した。冒頭、三谷分科会委員長より各委員の協力に感謝の挨拶を述べられた。

1. 前回議事録の確認。異議なく承認された。
2. 昭和52, 3年度委員会構成。

小委員長より昭和52, 3年度小委員会委員の名簿が提出された。

3. 昭和52年度研究課題と計画

昭和52, 3年度は特に研究テーマを定めない。一方、この小委員会は、未了の中間報告および技術資料等の発表を中心とし、しかも研究、技術の話題などを提供するとともにこれらの将来性について自由討論する場所とする。

4. 研究発表(提出資料と発表内容)

52-1-1 東芝エルコナイト“ED2”について

荒川委員(東京芝浦電気)

52-1-2 東芝 CEDEX について

荒川委員(東京芝浦電気)

CDX は、陰極(電極)に仕事関数(work function)の低い材料を用いれば、電子電流-陽極(被加工体)に供給するエネルギーの量を増すことができるという理論を基に、銅系金属を基体とし、銅と合金化しない特殊化合物を

微細に分散させることで、電極の仕事関数を低くし、純銅電極の致命的欠点である電極消耗を格段に改良し、さらに加工速度を改善した。放電加工用焼結電極材料である。

52-1-3 高速集電しゅう動用、固体潤滑材の研究

熊谷委員(富士カーボン)

新幹線パンタグラフ焼結すり板の潤滑材について、内部潤滑材として溶浸あるいは添加している金属鉛と、外部潤滑材として開発した黒鉛材を分割併用した場合における、それぞれの潤滑効果と、発生アークによるすり板、パンタグラフ舟体の溶損防止効果と、室内および実用試験より明らかにしたことを述べた。

その結果、金属鉛の内部潤滑法では低速区間の潤滑、高速区間におけるアーク溶損防止の依存は困難である。これがため、さらに外部潤滑材として開発試作した黒鉛材を、併用使用することにより現用すり板の寿命を60%(パンタグラフ総数の10%投入)増加し、パン舟体の溶損寿命は2倍以上を示した。

52-1-4 金属粉末の電気爆発(スライド)

坂井委員, 東海大工

10 μ 以下の平均粒子径をもつ金属超微粉の爆発性とメッシュオーダーの粗粉のそれとの相違を明らかにする目的で、爆発実験装置(内容積4 ℓ , ノズル送風吹上方式、点大源は鉄-クロム線製コイル)を試作し、供試粉にはアルミニウム、マグネシウム粉碎粉、カーボニル鉄、カーボニルニッケル、電解銅および電解鉄粉を選定して実験を行なった。本実験では主に上記供試粉の最小爆発濃度限および装置の構造的要因の影響を検討したが、特に点火源コイルの新旧および粉末の均一不均一飛散が最小爆発濃度限の値に影響をおよぼすことを明らかにした。