研 究

旋回水ジェットを用いた高圧水アトマイズによる球状微粉の開発

菊川 真利, 松永 繁昌, 稲葉 恒太, 岩津 修, 武田 徹

福田金属箔粉工業(株), 〒607-8305 京都市山科区西野山中臣町 20.

Development of Spherical Fine Powders by High-pressure Water Atomization Using Swirl Water Jet

Masato kikukawa, Sigemasa Matsunaga, Tsuneta Inaba, Osamu Iwatsu and Tohru Takeda

Fukuda Metal Foil & Powder Co., Ltd., 20 Nakatomi-cho, Nishinoyama, Yamashina-ku, Kyoto 607-8305.

Received November 17, 1999

SYNOPSIS

In order to obtain spherical fine powders, a new high-pressure water atomization method using swirl water jet was developed. In this paper the effects of jet swirl angle (ω) upon the properties of powders were investigated. Cu-10 mass%Sn alloy was atomized by this method at the constant water pressure of 83.3MPa and constant metal orifice diameter of 4mm, while ω was varied from 0 to 0.18rad.

Median diameter of the powder by the laser diffraction method (D_{50}) decreased from 12.5 μm to 7.5 μm with increasing ω , and this corresponded to Fisher average diameter (D_{FS}) at about $\omega=0.18$ rad. The apparent and tap density of the powder increased about 1 and 1.5 Mg/m^3 respectively, and the particle shape observed by SEM became spherical with increasing ω .

KEY WORDS

spherical fine powder, water atomization, swirl water jet, median diameter, tap density

1 緒 言

近年, 粉末冶金用に加えて射出成形, 磁性材料, 導電材料用等に微粉の需要が高まっている。これに対し微粉の収率が低い高圧水アトマイズ法^{1,2)}とこの応用技術^{3,4)}による対応が進んでいるが, 粒子の球状化には不十分で改善を要する。一般に, 水アトマイズ法で得られる粉末はガスアトマイズ法と比較して, 不規則形状で見掛け密度が低く球状にはなりにくい。この原因としては, 第一にアトマイズ過程において分裂途中の溶滴が急冷凝固することと, 第二に分裂した微細な溶滴の衝突, 合体による造粒粒子の生成があげられる。

ところで, 水アトマイズ法で球状の粉末を得るためには, 一般に水ジェットの頂角を小さくすることが行われている。しかし, この方法では粉末の見掛け密度やタップ密度が高くなり, 球状化するものの粒径が大きくなる^{2,7-9)}という問題点がある。また, 高圧水アトマイズ法では, 従来法より溶滴の分裂が進み微細化するが, 上記第二の原因より不規則な造粒粒子も多く発生する^{10,11)}。このことから, 微粉の球状化には上記第二の原因を取り除くことが重要と考え, 従来水ジェット¹²⁾とは異なり流線が衝突しない旋回水ジェットという形態を採

用した。これを用いた新たな高圧水アトマイズ法により, 球状微粉を得る目的で粒子の球状化と微細化の効果を検討した。

2 実験方法

2.1 旋回水ジェットおよびアトマイズ条件

本研究で新たに考案したノズルによる旋回水ジェットの断面模式図をFig.1に示す。このジェットは従来のコニカル水ジェットと異なり, ノズルの幾何学的焦点(以下焦点と略す)に集中せず, 焦点近傍で空洞を形成する様に収束してくびれ(この位置を以下neck部と呼ぶ)た後, 収束側と対称に発散する。Fig.2にこの投影図と平面図を示す。各流線は直線であるがそれらで構成される面は一葉双曲面¹⁾といわれるものとなる。この平面図における ω をジェット旋回角(Jet swirl angle)と呼ぶ。

旋回水ジェットはノズルの環帯(口径20mm)から, 水圧: 83.3MPa, 流量: 2.3 m^3/ks およびノズル頂角: 0.87radの一定条件で発生させ, ノズル内部での水の流れを制御することにより ω のみを0~0.18radと変化させた。また水ジェットの状態

¹⁾幾何学的には双曲線を軸に対し回転させて得られる曲面の一形態(Hyperboloid of one sheet)

と, これによって発生する雰囲気の流れの状態を調査するために, $\omega=0$ と 0.18rad の二つの場合について, Fig.1 に示した形状の外径1mmの圧力プローブを用い, 溶湯流の通過軸上での圧力分布を測定した. なお実際の旋回水ジェットを上から観察した写真の一例を Fig.3 に示す.

上記の ω を $0\sim 0.18\text{rad}$ と変化させた旋回水ジェットの中心軸 (以下水ジェット軸と呼ぶ) に, Cu-10mass%Sn 合金の溶湯を, 温度: 1473K , 溶湯ノズル口径: 4mm で供給してアトマイズを行った.

2.2 粉末特性の測定

得られた粉末についてレーザー回折法による粒度分布を測

Fig.1 Schematic cross-section of swirl water jet.

Fig.2 Schematic diagram of swirl water jet.

定し (日機装機製; マイクロトラック粒度分析計, 7997-10 SRA), そのメジアン径を D_{50} とし, 幾何標準偏差を σ_g とした. またフィッシャー平均径を測定し (フィッシャー社製; サブシーブサイザー, モデル95) D_{FS} とした. つぎに見掛密度 (AD) およびタップ密度 (TD) をそれぞれ ISO 3923 および 3953 に準拠して測定した. さらに SEM により粒子形状を観察した.

3 実験結果および考察

3.1 旋回水ジェット周辺空間の圧力変化

水ジェットが発現すると, そのエジェクター効果で水ジェット排出側は減圧され, 周辺の雰囲気はそれに吸引されて圧力が変わる. Fig.4 に水ジェット軸上における雰囲気圧の圧力分布を焦点からの距離の関数として示す. 従来のコニカル水ジェットに相当する $\omega=0$ と, 旋回水ジェットの $\omega=0.18\text{rad}$ のいずれの場合も, 圧力は 67mm 位置から 40mm までは徐々に約 -2kPa へと低下し, $40\sim 20\text{mm}$ では約 -2kPa で両者ともにほぼ一定であるが, 15mm 付近から $\omega=0$ と 0.18rad で差が現れ始める.

この辺りまでの圧力分布は, 関らによって測定された吸引圧力分布と類似であり, この圧力は水ジェットによって発生した雰囲気の流れによる溶湯流の分裂を予想するための指針となり, 分裂が開始するのは約 -2.7kPa であると報告されている⁹. この報告での鉄系合金に比較して本検討の Cu 系合金は表面張力が低く -2.7kPa より高い圧力で分裂を開始するであろう. すなわち, $\omega=0$ と 0.18rad のいずれの場合も, 両者の間で圧力に差が現れ始める直前の焦点上方 15mm 付近に達するまでに, 溶湯流の分裂が開始することが予想される. 本検討でも, ほぼこの 15mm 付近から一次分裂を開始していることを確認した.

つぎに, $\omega=0$ の場合はさらに 5mm までは約 -4kPa と低下するが, これより下方では上昇に転じ焦点でほぼ 0kPa となる. さらにその下方の -2mm の水ジェット内では急激に $+10\text{kPa}$ 以上の大きな正圧になっている. この様な焦点より下

Fig.3 A photograph of high-pressure swirl water jet ($\omega=0.14\text{rad}$).

方での正圧は齋藤らの報告¹³⁾にもみられるが、水ジェットが集中し衝突しているために発生すると考えられる。

一方、 $\omega=0.18\text{rad}$ の場合は15mm以下の位置では急激に低下し、焦点近傍の5～-5mmでは-10～-50kPaの大きな負圧を示し、 $\omega=0$ の場合とはかなり異なる圧力分布を示す。このような旋回水ジェットでの圧力分布の測定例はないが、水ジェット流線に囲まれた内側空間の断面積がneck部まで連続して縮小し、それとともない雰囲気の流れが増加し圧力が低下したと考える。neck部近傍の雰囲気の流れは、通過する空気の流量と断面積変化から空気中の音速の2倍以上と計算された。また、neck部を通過して発散側の-5～-15mmまで圧力はさらに-90kPaまで大きく低下し雰囲気の流れがさらに増加していることを示す。つづいて約-15mm位置から下方で圧力は-90から-75kPaへ急上昇し雰囲気の流れが急低下していることを示しているが、その流速の絶対値は非常に大きいと思われる。このように旋回水ジェットは従来のコニカル水ジェットと異なる形態と圧力分布を示し雰囲気の流れも大きく異なる事が分かった。

3.2 ジェット旋回角(ω)と粉末特性

Fig.5に D_{50} におよぼす ω の影響を示す。 ω を0から0.18radまで大きくすると得られた粉末の D_{50} は約12.5 μm から約7.5 μm へと小さくなる。水ジェットは $\omega=0$ では焦点に集中するが、 $\omega>0$ では ω をパラメータとする一葉双曲面を形成し、neck部で水ジェット軸に同心の空洞を生じる。 ω を大きくし

て空洞径を増すと、ジェットの収束部断面積が増加し、そこを通過する溶滴の分布密度が低下する。それゆえ溶滴は衝突、合体しにくくなり、この結果造粒粒子が減少し粉末が微細化したと考えられる。一方、Fig.6に示すように D_{FS} については、 ω が変化しても7.5 μm 前後でほとんど変化しない。ここで両者を比較してみると、 ω が大きくなるにつれて D_{50} の値は D_{FS} に近づき、最終的に ω が0.18rad付近で両者の値はほぼ一致している。

アトマイズ粉のように微細な溶滴の衝突、合体による造粒粒子を含む粉末の粒度分布測定において、その測定原理¹⁴⁾からレーザー回折法では造粒粒子を一個の粒子として測定するのに対し、フィッシャー平均径は比表面積径でその造粒粒子を構成する一次粒子径の影響を敏感に受ける。したがって

Fig.5 Change of median diameter (D_{50}) as a function of jet swirl angle (ω).

Fig.6 Change of Fisher average diameter (D_{FS}) as a function of jet swirl angle (ω).

Fig.4 Pressure distributions along water jet axis.

Fig.5, 6の結果は, ω が大きくなるにつれて造粒粒子の発生する確率が低下し, レーザ一回折法による D_{50} とフィッシャー平均径の D_{FS} がほぼ一致する $\omega=0.18\text{rad}$ ではこれら造粒粒子が大きく減少して, 微細な一次粒子の比率が大きく上昇したことを裏付ける。

ところで, Fig.4で示したように $\omega=0$ に対して $\omega=0.18\text{rad}$ の場合には, 水ジェット軸での雰囲気圧力が焦点の上方15mm付近以下で大きな負の値になる。このことより雰囲気の流速は焦点の上方から急激に大きくなり, この雰囲気の流れによる溶湯流の分裂は, $\omega=0$ より $\omega=0.18\text{rad}$ の方が促進され, しかも周辺の水ジェットに対して, より均一な分散状態で取り込まれることが期待される。 $\omega>0$ の旋回水ジェットは焦点近傍に空洞を持つが, この空洞を通過する前に, 溶滴が水ジェットにより一次粒子の大きさにまで分裂していることがFig.5, 6の結果から推察できる。

Fig.7にAD, TDおよび各相対密度におよぼす ω の影響を示す。AD, TDとも ω が大きくなるにつれて高くなり, $\omega=0.18\text{rad}$ の各数値を $\omega=0$ と比較するとADは約 1.0Mg/m^3 , 相対密度で約10%高く, またTDは約 1.5Mg/m^3 , 相対密度で約15%

Fig.7 Change of apparent density (AD) and tap density (TD) as a function of jet swirl angle (ω).

高くなり, これらの増加は同じ傾向を示す。一般に粒度分布が一定の条件では, 粉末の球状化が進むほどAD, TDが高くなるが, 上記結果は ω が大きくなるにつれて粒子が球状化していることを示唆している。これは, 前述のように ω が大きくなるにつれて溶滴の衝突の確率が低下し, 合体, 造粒による不規則形状の粒子が減少することで粉末のAD, TDが高くなったと解釈できる。また, 形状が同じでも粒子が微細化すると粉末のAD, TDが低くなることが知られている。しかし, ω が大きくなるにつれてFig.5に示したように微細化するが, AD, TDが増加傾向にあるのは造粒が抑えられることで, 球状の一次粒子の比率が増加したためと考えられる。

Fig.8に $\omega=0, 0.10, 0.18\text{rad}$ で得られた粉末の粒子形状を示す。(a)の $\omega=0$ では分裂した微細な溶滴が衝突, 合体したと思われる不規則形状の造粒粒子が多く見られる。(b)の $\omega=0.10\text{rad}$ では不規則形状の造粒粒子は少なく球状の一次粒子が多く見られるようになり, さらに(c)の $\omega=0.18\text{rad}$ では球状の微細な一次粒子が大部分を占めるようになる。このように ω が大きくなるにつれて粉末の粒子径は小さく, 形状は不規則から球状へと変化しているが, その一次粒子径はほとんど変化していない。これはいままで述べてきたように ω が大きくなるとともに D_{50} が小さくなり, D_{FS} に近づく。また同時にAD, TDが高くなるといった一連の結果を裏付けている。

このような粒子の造粒状態の変化から, ω が大きくなるにつれて粒度分布の広がりを表す幾何標準偏差(σ_g)が小さくなると考えられるが, Fig.9に示したように σ_g はほぼ一定であった。この結果はアトマイズの圧力すなわちジェットの速度を変化させた場合に相当する。すなわち ω が大きいほど, 微粉化に対しジェットのエネルギーがより有効に作用することを示唆する。

以上のことを総括して, Fig.10に(a)コニカル水ジェット($\omega=0$)および(b)旋回水ジェット($\omega>0$)の場合の粉化メカニズムの模式図を示した。

(a)の場合, 供給した溶湯は水ジェットで発生した雰囲気の流れにより粗く分裂し水ジェットに達する。この粗い溶滴はさらに水ジェットで噴霧され, より微細な溶滴となる。ここで, $\omega=0$ で水ジェットが焦点に集中し衝突すれば, 微細な溶滴群も焦点に集中し衝突する確率が高くなり, 合体, 造粒し

Fig.8 SEM micrographs of Cu-10%Sn alloy powders produced by high-pressure water atomization using swirl water jet.
(a): $\omega=0$, (b): $\omega=0.10$, (c): $\omega=0.18\text{rad}$

Fig.9 Change of standard geometric deviation (σ_g) as a function of jet swirl angle (ω).

た粗い不規則形状粒子が多く得られる。

(b)の場合も同様に雰囲気の流れにより粗く分裂した溶滴は水ジェットで噴霧され微細な溶滴となる。しかし、 $\omega > 0$ では水ジェットは一葉双曲面を形成し、neck部で空洞を生じる。 ω を大きくして空洞径を増すとジェットの収束部断面積が増加し、そこを通過する溶滴の分布密度が低下するため溶滴は衝突、合体しにくくなり、その結果造粒粒子が減少し粉末が微細化するとともに球状化し、最終的に球状の微細な一次粒子に近い粉末が多く得られる。

4 結 言

球状微粉を得る目的で、従来とは異なる形態の旋回水ジェットによる高圧水アトマイズ法を試みた。Cu-10mass%Sn合金を用い、ジェット旋回角度(ω)のみを変化して本法によるアトマイズ実験を行い以下の結論を得た。

- (1) ω が大きくなるに従って得られた粉末の微粉化が進み、レーザー回折法による D_{50} は小さくなる。その $\omega = 0.18 \text{ rad}$ の値はフィッシャー平均径 D_{FS} とほぼ一致した。
- (2) また、 ω が大きくなるに従って、粉末の見掛け密度、タップ密度が高くなり、SEMによる粒子形状観察においても粒子の球状化および微細化が確認された。
- (3) これらのことは、 $\omega = 0$ の場合は水ジェットが焦点で衝突するが、 $\omega > 0$ では水ジェットの衝突がなく、 ω が大きくなるほど分裂した微細な溶滴の衝突の確率が低くなることが主な原因と考えられる。

文 献

- 1) 武田徹, 皆川和己: "500 kgf/cm²水噴霧装置による金属微粉の製造", 粉体粉末冶金協会講演概要集秋季大会, (1982) 16.
- 2) T.Takeda: "High Pressure Water Atomization", Proc. 1993 Pow. Met. World Congress, (1993) 7-12.

(a) Conical water jet ($\omega=0$) (b) Swirl water jet ($\omega>0$)

Fig.10 Models for high-pressure water atomization using conical and swirl water jet.

- 3) 岡本晋也, 関義和, 滝川博, 松下富春: "高圧水アトマイズにおける粉末特性に及ぼすスーパーヒートの影響", 粉体粉末冶金協会講演概要集春季大会, (1990) 16.
- 4) 関義和, 岡本晋也, 滝川博: "高圧水アトマイズにおける金属粉末の微粉化挙動におよぼす水ノズルの影響", R&D 神戸製鋼技報, 40(1990) 15-17.
- 5) 日本アトマイズ加工(株): "水アトマイズ法による射出成形用球状粉の製造", 素形材, 30(1989) 45.
- 6) 三菱製鋼(株): "超高圧水アトマイズ法による微粉末", 素形材, 30(1989) 66.
- 7) M.Kikukawa, T.Inaba, O.Iwatsu and H.Korekawa: "Development of Cu-Alloy Powders Superior in Compactibility by Water Atomization", Proc. 1993 Pow. Met. World Congress, (1993) 70-73.
- 8) R.J.Grandzol and J.A.Tallmage: "Effect of Jet Angle on Water Atomization", The. Int. Nat. Jur of Powder Metallurgy & Powder Technology, 11(1975) 103-114.
- 9) 鈴木喜代志, 近藤鉄也, 清水孝純: "球状微粉水噴霧技術とその粉末特性", 電気製鋼, 69(1998) 137-140.
- 10) 武田徹, 皆川和己: "球状鉄微粉の水噴霧条件および性質", 粉体および粉末冶金, 38(1991) 102-105.
- 11) 武田徹, 皆川和己: "銅粉性状に及ぼす水噴霧雰囲気の影響", 粉体および粉末冶金, 25(1978) 213-218.
- 12) P.U.Gammesson: "Modern Aatomizing Techniques", Powder Metallurgy, 15(1972) 67-94.
- 13) 齋藤滋之, 園部秋夫, 駒村宏一, 香月淳一, 新田稔: "水アトマイズ法における粉末特性におよぼす噴霧条件の影響", 粉体粉末冶金協会講演概要集春季大会, (1990) 14.
- 14) 粉体工学会: 粒子径計測技術, 初版, 日刊工業新聞社, (1994) 145-243.