© 1991 ISIJ

解 説

スプレイフォーミング法の鉄鋼材料への応用

伊 丹 哲*

Application of Spray Forming Process to Iron and Steel Products

Tetsu ITAMI

1. 緒 言

スプレイフォーミング技術とは、一般的には、溶湯金属流に窒素等の不活性ガスを高速で吹き付けスプレイ化し、粉碎された粒子をコレクター（粒子を受ける物）上に堆積させ急冷凝固でかつ最終製品に近い形状の金属の半製品を製造する方法である。

この技術は、1940 年代に米国の BRENNAN によって原理が考案され種々の方法¹⁾²⁾が提案されている。その後 1960 年代になって英国の A. R. E. SINGER によって Spray rolling 法³⁾という形で実を結んだ。この方法は金属溶湯を回転ドラム上にスプレイし板状のプリフォームを製作し、その直後で圧延して薄板を製造するという方法である。この場合、急冷凝固のための冷却は主として回転ドラムによるとしており、急冷凝固で製造できる板厚にはおのずと限界があり数ミリ以内とされていた。

その後、1970 年代になって英国 Osprey 社によって比較的厚肉の鍛造用素材を製造するというオスプレイ法が開発された^{4)~8)}。この場合、急冷凝固のための冷却はアトマイズガスが中心で、これによって堆積直後に凝固終了させることができ、どんな厚肉でも急冷凝固で製作可能となった。最初は小規模な実験ではあるが、鍛造性に非常に優れた材料ができることが確認された。その後、鍛造用素材だけでなく種々の形状の金属半製品を製作する技術へと進歩してきた。またアトマイザー等に改良が加えられ、高生産性でしかも歩留りのよい方法へと進歩してきた。現在では、数あるスプレイフォーミング法の中で^{9)~11)}、最初に実用段階に入った方法となった。

オスプレイ法は、製造プロセスとしては鋳造法と粉末冶金法との中間のプロセスである。しかし、急冷凝固でかつ高密度のプリフォームが単一プロセスでしかも経済的に得られるという特長を有しており、鋳造法、粉末冶金法の両者の欠点を補うことのできる画期的な方法である。

このような特長を活かすことのできる代表的な材料として、これまで検討されてきたものは、

1) 粉末表面の酸素汚染、経済性といった問題で実用化できていないアルミ合金等の粉末冶金用材料¹²⁾

2) スーパーアロイ等の高温での鍛造性が悪い材料¹³⁾

3) 鋳造ではマクロ偏析等の欠陥で製造できなかった高合金鋳鋼、鋳鉄材料¹⁴⁾

等がある。また最近では新たに電気伝導性、耐摩耗特性の良い銅合金についても開発が進められている¹⁵⁾。

これら材料の開発は現在、ヨーロッパ、米国、日本を中心として活発に行われている。開発の内容も、当初のプロセス開発の段階から現在では具体的な適用品に的を絞った合金開発の段階になってきている。中でも線材等の仕上げ用圧延ロールへの適用¹⁴⁾は、耐摩耗性が良好との評価を受け、既に多くの実績を上げている。

本報では、オスプレイ技術に関するこれまでの報告を急冷凝固の観点から整理し、また、スプレイフォーミング技術の鉄鋼材料への応用についての各国での開発状況、実用化状況をオスプレイ法を中心に解説する。

2. オスプレイ法の特徴

2.1 オスプレイ法の原理

図 1 にオスプレイ法の装置概要を示す。アトマイズが行われるチャンバーの上部から金属溶湯を流出させ、その直下で窒素ガス等の不活性ガスによってアトマイズし、細かく粉碎した液滴を飛散中に急速に冷却させ、凝固を開始させる。それと同時にプログラム動作をするコレクター上に半溶融の状態で堆積させ所定の形状のプリフォームを形成させる。写真 1 に 1 例としてディスク形状のプリフォームが形成されていく過程を示す。

図 2 はプリフォームが形成される様子を模式的に示したものである。ここで最適なプリフォームを得るためのパラメーターは、

a) 溶湯温度

平成 3 年 3 月 4 日受付 (Received Mar. 4, 1991) (依頼解説)

* 住友重機械工業(株)機械事業本部開発室主任技師 (Business Development Division, Plant and Machinery Group, Sumitomo Heavy Industries, Ltd., 1 Mitoshiro-cho Kanda Chiyoda-ku, Tokyo 101)

Key words: spray forming; rapid solidification; semi-finished materials; mill roll; seamless pipe; superalloy aluminum alloy; metal matrix composite; casting; powder metallurgy.

図 1 オスプレイ装置概要

直径 20 cm のディスク状プリフォーム (高速度鋼、
溶湯速度 30 kg/min) の成長過程

写真 1 プリフォーム形成過程

- b) 溶湯速度
- c) アトマイズガス圧力、流量
- d) スプレイ距離
- e) コレクター運動条件

等である。これらをコントロールし、堆積時の粒子の温度、粒径、速度等を適当な範囲にすることによって急冷凝固でかつ高密度のプリフォームを得るのである。

図 3 に堆積時の粒子の温度範囲の条件を模式的に示す。(a) の条件のように粒子の平均温度が凝固終了温度よりも低い場合には、ほとんどの粒子が凝固を終了して

図 2 オスプレイ現象模式図

図 3 堆積時の粒子の温度条件

いることになり、堆積時に粒子間のすきまを埋める液相量が少なく、これらのすきまがポロシティとして残ることになり高密度のプリフォームは得られない。

一方 (c) の条件のように堆積時の粒子温度が凝固開始温度より高すぎると、堆積表面の溶融膜が、プリフォームの成長と共に厚くなりすぎるため、その凝固が遅く不安定となる。そのためコレクター等の運動によって吹き飛ばされたり、凝固時に収縮孔等の欠陥が生じることになる。

そこで (b) のように平均的には固液共存領域の温度にすれば急冷凝固でかつ高密度のプリフォームを得ることができる。このような条件になるように図 2 中のパラメーターを操作すればよい。

オスプレイ法の特徴の一つである急冷凝固を狙いすぎると (a) の条件に近づくことになり、もう一つの特徴

である高密度のプリフォームが得られないことになる。このように急凝固で高密度という相反する条件を満たすことがオスプレイ法にとっては肝要になる。それでは、この条件を満足する時に得られる凝固時の冷却速度はどの程度であろうか。

2.2 オスプレイ法で得られる冷却速度

2.2.1 アトマイズ時の冷却速度

アトマイズ時の冷却速度については種々検討されており、 $10^4 \sim 10^6$ K/s の冷却速度が得られるとされている。写真 2 に、高 Cr 鋳鉄のプリフォームで観察される金属組織を示す。これは図 3 中の (a) の条件に近い場合であり、最適条件ではないため層状組織でポロシティが多い。層状組織の中に丸い粒子が観察される。これらの粒子はデンドライト組織を呈しており、また堆積時の衝突による変形の跡がないことから飛行中に既に凝固を終了したものと判断される。これらの 2 次デンドライトアーム間隔から推定される冷却速度はアトマイズ時の冷却速度を示しており、 10^4 K/s 以上が得られている。これは、これまで報告されている¹⁶⁾ 計算結果とも対応している。このようにアトマイズ時の冷却速度は 10^4 K/s 程度が得られ、堆積時には約半数の粒子が凝固終了していると考えられる。

2.2.2 堆積後の凝固時の冷却速度

一方、堆積後、形成される半溶融膜の凝固時の冷却速度に関しては MATHUR¹⁷⁾ と DUSZCZYK¹⁸⁾ の報告が

ある。

前者によれば、プリフォーム厚みが大きくなると、コレクター側への伝熱による抜熱とガスの対流冷却による抜熱よりも堆積による熱量増加の方が大きくなると考えている。そのためプリフォーム表面に堆積された半溶融膜が、堆積直後に凝固を終了しないまま堆積が進んでいく。その結果、堆積が完了してもプリフォーム中央部は、まだ凝固が終了しておらず、この部分が最後に凝固する。計算例を図 4 (a), (b) に示す。平均温度 $T_{\text{spray}} = 1403$, 1450°C の粒子群を堆積速度 $\dot{D} = 2, 4$ mm/s で堆積させ、80 mm と 160 mm 厚みのプリフォームを製作した場合で、抜熱はガスによる対流冷却とコレクター側への熱伝導による冷却の組合せとして計算した結果である。(a) は、堆積厚みの増加とともに、それぞれの位置で堆積後から凝固終了まで、どの程度時間が必要かを計算した結果を示している。また (b) は、堆積厚みと、その位置での凝固時の冷却速度の関係を計算した結果を示している。(a) によると、堆積厚みが増すとともに凝固時間は長時間となり、厚み中央部の位置で最も長く、厚みがそれ以上になると、また短時間となっている。160 mm のプリフォームの場合で、厚み中央部 (8 cm) での凝固時間は堆積後、約 300 s で、この部分が最後に凝固終了することを示している。また、(b) によると凝固時の冷却速度は、堆積厚みの増加とともに急激に低下し、その後

写真 2 オスプレイプリフォーム組織 (高 Cr 鋳鉄, 図 3 中の条件 (a))

図 4 堆積位置と凝固時間の関係 (a) および堆積厚みと冷却速度の関係 (b)

図 5 ガス速度を変化させた場合の、半溶融膜厚みと凝固時間の関係 (a) と膜厚と冷却速度の関係 (b)

一定の比較的遅い値を示し、最終厚みの部分で、また上昇することを示している。160 mm のプリフォームの場合で冷却速度は 1 K/s 以下になることを示している。

一方、後者によれば、堆積時に形成される半溶融膜の厚みは薄くガスによる対流冷却だけで瞬時に凝固終了するとしており、これはプリフォームの厚みが大きくなっても堆積開始から終了まで変わらないとしている。計算例を図 5 (a), (b) に示す。直径 $d=100$ mm のディスク形状のプリフォーム (アルミニウム) を製作する時、堆積時の半溶融膜の凝固率 $g=60\%$ 、堆積直後の半溶融膜と冷却ガスとの温度差 $\Delta T_c=600$ K とした場合、ガス速度 U 、および半溶融膜の厚み X をパラメータとして、半溶融膜が、ガスによる対流冷却によって、堆積後から凝固終了するまでに要する時間 (a)、および凝固時の冷却速度 (b) を計算した結果である。これによると、ガス速度 $U=100$ m/s、膜厚 $X=10$ μ m の場合、膜の凝固時間は約 0.1 s、冷却速度 1×10^3 K/s 以上が得られている。

このように、堆積後の凝固時の冷却速度については、プリフォームが厚くなった場合、堆積開始から終了までの間で冷却速度が、途中で変化し、極端に小さくなるものとするものと、そうではなくほぼ一定の比較的速い値である、とする二つの説明がある。両者で凝固過程も大きく異なり、前者ではプリフォーム中央部がゆっくりと最後に凝固終了するとし、後者では最初から最後まで堆積表面に形成される半溶融膜が逐次凝固するとしている。

写真 3 に実際のプリフォームで凝固形態がよく分かるマクロ組織を示す。層状の組織が観察され、凝固過程は堆積されながら逐次凝固したものと推定される。このように堆積途中での凝固時の冷却速度には、大きな変化がなかったことを示しており、後者の DUSZCZYK の説明に対応している。

図 6 に鉄系材料で、DUSZCZYK と同様の計算をした結

写真 3 プリフォーム・マクロ組織 (ディスクプリフォーム断面)

果を示す。この場合は、直径 150 mm のロール形状で、 $\Delta T_c=1000$ K の計算結果である。半溶融膜厚 X が 1 mm と厚くても、ガス速度が 50 m/s 程度あれば冷却速度は 10 K/s 以上が得られている。

以上からすると堆積後の凝固時の冷却速度は、半溶融膜の厚みにもよるが、少なくとも $10^1 \sim 10^2$ K/s 以上が得られると考えられる。

写真 4 に高 Cr 鋳鉄の普通鋳造組織とオスプレイ法によって得られた組織を示す。凝固時の冷却速度の違いにより同一材料とは思われないほどの違いを示している。しかも、この時のオスプレイ材の密度は、100% に近い値が得られている。

このようにオスプレイ法によれば、凝固時の冷却速度は、アトマイズ時で 10^4 K/s 以上、堆積後では、最低でも $10^1 \sim 10^2$ K/s 以上が得られる。これら二つの過程が、うまく組み合わせられる結果、微細な金属組織が得られる。しかも高密度のプリフォームが得られるというのがオスプレイ法の特長である。

図 6 堆積時の半溶融膜厚みとその凝固時の冷却速度の関係 (Fe 系 150 mmφ ロールプリフォーム)

写真 4 高 Cr 鉄の普通铸造組織 (a) とオスプレイ組織 (b)

2.3 オスプレイ法の利点とその応用分野

オスプレイ法の最大の特長は、急冷凝固で、しかも高密度のプリフォームが 1 工程で経済的に得られる点である。オスプレイ法の利点は、まず铸造法と比較すると、

1) 急冷凝固によって微細組織が得られる。しかも等方性の組織である。その結果、鍛造性等が改善される。

図 7 オスプレイ法の応用分野

2) マクロ偏析がなく、铸造では製造できない高合金材料が製造可能。

のような利点がある。また、粉末冶金法と比較すると、

1) 工程を省略でき、経済性が高い。

2) 1 工程 (不活性ガス雰囲気) でプリフォーム完成。そのため Al, Ti のような活性金属では酸素による汚染が非常に少ない。そのため機械的特性等が向上する。また、粉末冶金法で問題となる粉末表面の酸化物等による焼結不良の問題が原理的にない。

3) 1 工程で高密度のプリフォームが得られる。のような利点がある。

ただし実際には、具体的な適用対象によって、その製造工程、必要特性に応じて技術的利点、経済性等を考慮する必要がある。参考までに図 7 にオスプレイ法の応用分野として考えられるものを自動車部品、電子・電気部品、一般産業、航空機部品に分類して示した。この他にも多数考えられるが、ここでは鉄鋼材料への応用に關し、その開発状況、実用化状況について解説する。

3. スプレイフォーミング法の鉄鋼材料への応用

スプレイフォーミング法の応用は、これまでどちらかというと非鉄材料が中心であったが、鉄鋼材料への応用も当初から検討されていた。最近ではハイス系の材料を用いた圧延ロールの実用化に成功しており、これはスプレイフォーミング法実用化の第一号である。

ここでは特殊鋼を中心とした鉄鋼材料へのスプレイフォーミング法の応用について各国の開発状況、実用化状況について解説する。

3.1 特殊ステンレス鋼等の鋼管製造への応用¹⁹⁾

Sandvik 社は世界で最初に大型のオスプレイプラントを設置した。これまで特殊ステンレス鋼、高合金のシー

図 8 チューブ製造装置模式図

写真 5 チューブ製造状況

ムレスパイプの製造技術を確認し、現在、特殊用途の耐熱合金製のシームレスパイプの製造販売を開始した。

オスブレイ法を適用した目的は、従来法に比べて塑性加工が省略可能で経済的であり、特に外径 200 mm を超えるような太径パイプの製造で有利となる。また従来の熱間加工では割れが入るような高合金も製作可能になること等が挙げられている。

図 8、写真 5 に装置概要と鋼管製造中の写真を示す。最大で外径 380 mm、長さ 8 m、肉厚 20~50 mm のパイプが製作可能である。装置の特徴は、容量 1 t の真空脱ガス炉の採用、および溶湯の重量変化を検出し真空炉内の圧力を調整して溶湯速度 (100 kg/min 程度) を一定にするシステムの採用等が挙げられる。これにより、材料の清浄度および寸法精度の向上が得られている。プリフォーム特性としては、27Cr-31Ni-5Mo ステンレス鋼の例で熱間押出しによる従来法と比較して引張強度、伸び、耐食性で同等以上の値が得られている。

3.2 クラッド鋼等の板製造への応用²⁰⁾

Mannesmann Demag 社ではオスブレイ法による鋼板製造を中心に開発が進められている。現在はクラッド鋼への適用を検討中であり、これは一回のオスブレイ操作でクラッド鋼が製造可能という経済性を狙ったものと考えられる。

図 9 にその模式図を示す、最大幅 1.2 m、長さ 2 m、

図 9 板製造装置模式図

板厚 8~50 mm の板が製作可能である。図には示されていないがクラッド製作のためにタンディッシュがもう一つ追加できるようになっている。

装置の運転はプラント左側に位置する予熱装置でコレクターを適当な温度に加熱し、その後台車を移動させながらスプレイ直下を通過させ板形状のプリフォームを得る。台車移動方向に二つタンディッシュを設置することにより一回の操作でクラッド鋼が製作可能である。

問題は板厚の均一性とボロシティーであるが、それぞれスプレイを板の幅方向に振らせること、およびスプレイ後の圧延によって解決している。

2 層目のスプレイによる 1 層目の再熔融等の問題は生じていない。それでも十分な接合が得られると報告している。

3.3 スプレイフォーミングによる薄板製造法の開発

米国エネルギー省の支援を受けてマサチューセッツ工科大学等を中心にスプレイフォーミングによる薄板製造法の開発が計画されている²¹⁾。これは現在の連続 casting、圧延による薄板製造の代わりにスプレイフォーミングによって直接薄板を製造することによって省エネ、省コストを狙ったものである。この方法によれば現在の製造コストの 12.5~17.5% 削減が可能としている。計画が成功すれば、現在の連続 casting に匹敵するような 100 t/h のスプレイフォーミングも可能としている。

この技術は、鉄鋼技術においては画期的なものであり、薄板連続 casting と共にその開発動向が注目される。

また、Chaparral Steel 社では、スプレイフォーミング法によって、これまでになかった新しい特殊な材料の開発を計画している。この中には特殊なクラッド材、MMC (鋼とセラミックス)、多量に Si を含有させた Si 鋼等が含まれている。

3.4 圧延ロールおよび切削工具 (エンドミル) への適用¹⁴⁾²²⁾²³⁾

住友重機械工業(株)はオスブレイ法の適用として線材等の圧延ロールに着目し、その実用化に成功した。

写真 6 に製造プラントの写真を示す。ロール寸法で最大外径 550 mm、長さ 300 mm が可能である。この装

写真 6 オスプレイ多目的プラント

写真 7 ロール製造専用プラント

写真 8 オスプレイ製ロール (線材中間圧延用組立ロール)

置ではロール以外にもディスク、板形状のプリフォームが製作可能である。

ロール材質は高炭素のハイス系で従来の鍛造ロールに比べて 3~50 倍の寿命が得られている。これは微細組織とともに炭化物の種類、形状、大きさ、均一性等が大幅に改善されるためである。現在圧延ロールは住友重機械鍛造(株)が写真 7 に示したロール専用プラントによって製造しており、最大外径 800 mm、長さ 500 mm

写真 9 オスプレイ製エンドミル

が可能である。写真 8 に線材圧延用ロールの一例を示す。

ロール以外の適用として、エンドミルへの適用が検討されている。これは、従来の粉末ハイスに比べて経済性で優れることを狙ったものである。従来の粉末冶金法によるエンドミル製造工程のピレット製造までの多数の工程をオスプレイ法 1 工程で済ませることができる。得られたエンドミルの特性は、機械的特性、寿命で粉末ハイスと同等以上の値が得られている。写真 9 にオスプレイ法で製作したエンドミルを示す。

3.5 その他の開発状況

国内では日本鋼管(株)でもスプレイフォーミング技術が検討されており、これまでプロセスのシミュレーション結果等が報告されている²⁴⁾。ステンレス鋼を窒素等でアトマイズし、回転ドラムに吹き付け板状のプリフォームを製作する時の熱履歴等の計算結果が報告されている。

その他、1990 年 9 月には第 1 回のスプレイフォーミング国際会議が英国で開催され、80 団体、204 人が参加し、約 40 件の発表がなされた。そのうち鉄鋼材料への応用は特殊鋼への応用を中心に 9 件発表された。新しい内容のものとしては、特殊鋼のスプレイ内にアルミナ粒子を吹き込んで製作した MMC のプリフォーム特性が報告されている²⁵⁾。その耐摩耗特性等で良好な結果を得ている。

4. 結 言

スプレイフォーミングの中のオスプレイ法の特徴、その鉄鋼材料への適用について述べたが、オスプレイ法の特徴である高品質で低コスト (1 プロセスで急冷凝固による微細組織で高密度のプリフォームが得られる) は、まさに鉄鋼材料製造技術で求められているものと一致しており、今後ますます必要とされる技術であると期待している。

また、スプレイフォーミング技術はその原理考案から半世紀たち、いよいよ実用化が始まったところである。21 世紀の夢の鉄鋼製造技術との期待もある²⁶⁾が、今後、鉄鋼材料以外への応用も含め、急速に実用化のピッチが上がるものと確信している。

文 献

- 1) USA Patent No. 2, 639490 (1958)
- 2) USA Patent No. 2, 864137 (1958)
- 3) A. R. E. SINGER: *Metals and Materials* (1970) 6, p. 246
- 4) UK Patent, 1379261 (1975)
- 5) UK Patent, 147239 (1977)
- 6) 特公昭 54-29985
- 7) 特公昭 56-12220
- 8) A. G. LEATHAM and R. G. BROOKS: *Modern Development in Powder Metallurgy*, **15** (1985), p. 157
- 9) B. A. RICKINSON, F. A. KIRK and D. R. G. DAVIES: *Powder Metallurgy* (1981), p. 1
- 10) E. J. LAVERNA and N. J. GRANT: *International Journal of Rapid Solidification*, **2** (1986), p. 93
- 11) A. R. E. SINGER: *Met. Technol.*, **11** (1984), p. 99
- 12) J. DUSZCZYK, J. L. ESTRADA, T. L. J. de HAAN, A. G. LEATHAM and A. J. W. OGILVY: *Conference Proceeding of the P/M Aerospace Materials*, Luzern, (1987)
- 13) H. C. FIEDLER, T. F. SAWYER, R. W. KOPP and A. G. LEATHAM: *J. Met.*, **39** (1987), p. 28
- 14) 井川良雄, 伊丹 哲, 熊谷 憲, 安藤 剛: *鉄と鋼*, **75** (1989), p. 766
- 15) R. H. COOKEY and J. V. WOOD: *1st International Conference on Spray Forming* (1990)
- 16) S. CONNELLY, J. S. COOMBS and J. O. MEDWELL: *Modern Powder Report*, **41** (1986), p. 653
- 17) P. MATHUR, D. APELIAN and A. LAWLEY: *Acta Metall.*, **37** (1989), p. 429
- 18) J. L. ESTRADA and J. DUSZCZYK: *J. Mater. Sci.*, **25** (1990), p. 1381
- 19) O. H. METELMANN, P. V. SPILKER and A. G. LEATHAM: *Iron Steel Eng.*, **65** (1988), p. 25
- 20) K. WUNNENBERG, R. FLENDER, W. FIX and R. SCHNEIDER: *1st International Conference on Spray Forming* (1990)
- 21) *Business Week*, **24** (1990) Sep., p. 48
- 22) A. HAMABE, Y. OSAKA and S. YAMAUCHI: *1st International Conference on Spray Forming* (1990)
- 23) 井川良雄, 熊谷 憲, A. G. LEATHAM: *材料とプロセス*, **3** (1990), p. 1665
- 24) 富田省吾, 松岡雄二, 三原 豊, 大沢絃一, 阪口善裕: *材料とプロセス*, **3** (1990), p. 1664
- 25) P. E. CHESNEY and R. PRATT: *1st International Conference on Spray Forming* (1990)
- 26) 宮脇芳治: 第 135 回西山記念技術講座 (日本鉄鋼協会編) (1990), p. 111