

Title	ガスアトマイズ法によるNi基およびFe基高合金粉末の 製造と粉末成形加工に関する研究
Author(s)	福田, 匡
Citation	大阪大学, 2000, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.11501/3178678
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

https://ir.library.osaka-u.ac.jp/

The University of Osaka



ガスアトマイズ法によるNi基およびFe基 高合金粉末の製造と粉末成形加工 に関する研究

福田 匡

ガスアトマイズ法によるNi基およびFe基 高合金粉末の製造と粉末成形加工 に関する研究

0

福田 匡

目 次

1. 緒 論	1
1.1 本研究の目的・・・・・・	1
1.2 既往の研究	5
1.2.1 ノズルから噴出するガス流れの挙動	5
(1) 単孔ノズルのガス噴流	5
(2) 環状ノズルのガス噴流 ・・・・・	5
(3) 合流噴流の挙動ならびに噴流相互の干渉	6
1.2.2 アトマイズノズルにおける噴射流体の挙動	6
(1) 溶湯供給管出口の負圧と溶湯供給管諸元の関係	6
(2) ガス流れの形態ならびにガス流速の分布 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	6
(3) 水アトマイズノズルの流動特性 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	7
1.2.3アトマイズ粉末の粒度とアトマイズ条件の関係	7
1.2.4 ガスアトマイズ粉末の表面性状ならびに内包ガスの挙動	9
(1) 粉末表面の性状	9
(2) 粉末に捕捉されたガス成分	10
1.2.5 熱間押出し法による粉末成形材料ならびにクラッド材料	10
 高・超合金成形材の特性 	10
(2) 粉末/溶製材クラッド材料の特性	11
1.3 本研究の概要	12
2. 一体型アトマイズノズルにおけるガス流れの挙動	14
2.1 緒 言	14
2.2 実験装置および実験方法	15
2.2.1 供試ガスアトマイズノズル	15
2.2.2 ガス噴射実験装置	17
2.2.3 噴射ガスの特性量の測定方法	18
(1) 圧力測定プローブ	18
(2) ガス流量の測定	18
(3) ガス流速の測定	18
2.2.4 溶湯アトマイズの観察方法	21
 2.3 噴射ガスならびに供給溶湯の流動特性 ····································	21
2.3.1 噴射ガス流れの挙動~シュリーレン法による可視化観察	21
2.3.2 溶湯供給管出口近傍の圧力分布およびガス流れ	23
2.3.3 溶湯アトマイズの挙動~VTR撮影・観察	24
2.4 溶湯供給管出口の圧力特性	28
2.4.1 溶湯供給管出口の圧力に対する突き出し長の影響	28

. 1	
רי	7
1	<u>۲</u>
1	-

2.4.2 溶湯供給管出口の圧力に対する噴射角度の影響	29
2.4.3 溶湯供給管出口の負圧生成機構	30
(1) 溶湯供給管出口の負圧生成に関するモデル計算	30
(2) 溶湯供給管出口の圧力に関する影響因子	32
2.5 アトマイズノズルの噴射ガス流速分布の特性	34
2.5.1 B型(標準型)アトマイズノズルにおけるガス流速分布の特性	34
(1) ノズル中心ガス流速の垂直方向変化	•••• 34
(2) ガス流速の水平方向分布に与える溶湯供給管突き出し長の影響	34
(3) 噴射圧力の効果	40
2.5.2 C型(近接型)アトマイズノズルにおけるガス流速分布の特性 ・・・・・	41
(1) ノズル中心ガス流速の垂直方向変化	41
(2) ガス流速の水平方向分布に与える溶湯供給管突き出し長の影響	42
(3) テーパー型噴射孔による高流速化の検討 ······	•••• 43
2.6 結 言	45

3. 7	r F	71	ズ	粉	末	の粒	度	に	影	響-	す	3	者日	8-	z	• • •	• • •	• • •	• •	• •	• •	• •			•••	•••	•••		• •		• •		•	47
3.1 新	者	言	• • •	•••	• • •		•••	•••		• •	•••		•••	•••	• • • •		• • •	• • •	• •		•••			•••	• •	•••			• •	• •	••			47
3.2 身	実験	装置	お	よ	び	実験	方	法	•	•••	•••	•••	•••					• • •			•••	•••		•••	•••	••					•••			47
3.2.1	7	トマ	1	ズ	粉习	末の)試	作	装	置	• •		•••		• • •		• • •	• • •	• •		• •			•••	• •				• •					47
3.2.2	供	試ア	. ト	7	1:	ズノ	ズ	ル		• •	•••							• • •	• •		•••			• •	•••	•••	•••		•••	• •	••	•••		49
3.2.3	粒	度分	布	測	定業	表置	1.2	測	定	方法	去	• •	• • •			• • •	• •	• •	• •	•••	• •	•••	• • •	•••	•••	•••		• • •	• •	• •	• •	• • • •		49
3.3 7	Ph	71	ズ	粉	末の	の粒	度	に	影	響る	をり	及日	ます	FB	日子		• •	• •	• •	•••	•••			•••		•••				• •	••			50
3.3.1	溶	湯流	の	粉	化制	伏態	親	察	IZ.	よう	3*	位月	王累	5著	野因	子	- 0,	が推	É 范	E	• •	• • •	• • •	• •		•••		• • •	•••	• •	• •	• • • •		50
3.3.2	7	トマ	1	ズ	粉习	末粒	度	に	関·	する	3:	モラ	デル	LI	t · · 3	• • •	•••	• •		•••	•••			• •		• • •		• • •	• •	• •	• • •			51
3.4 粉	分末	粒度	5	溶	湯フ	7 F	7	1	ズ	条任	40	の月	目仔	¥ .										•••	• • •				• •	•••				51
3.4.1	幾	何焦	点	に	おい	ナる	ガ	ス	流	速	• •					• • •					•••		• •		•••			• • •			• • •			51
3.4.2	×	ジア	ン	径	と落	容湯	/	ガ	ス	流上	量上	七	- 0	日	目係			•••	• •	• •	•••		• •	• •	•••	• • •		• •	•••	•••	•••			52
3.4.3	粉	末の	平:	均料	拉月	度と	ガ	ス	平	均为	流 ì	速と	= 0)]]	目係		• •	• •	• •		•••		• •		•••				•••	•••	•••			53
(1)	ガ	ス噴	射	孔。	と落	容湯	供	給	管	20	の日	钜爵	隹の)景	》響			• •	•••	•••									• •	•••	• • •			53
(2)	噴;	射角	度	の	影響	臀.		• • •		•••		•••			• • •		• •			• •									• •		•••			53
(3)	噴	射孔	形	状。	の暴	影響				•••		•••							• •	•••			•••						• •					54
(4)	噴	射ガ	ス	庄;	力の	の影	響			• • •		•••			• • •	• •	• •	• •	• •	• •			• •	•••	•••			• •			•••			54
3.4.4	粒	度分	布	23	ガン	ス流	速	分	布	の目	関任	系				•••												•••						56
3.5 紀	ŧ.	言				• • • •		•••											•••									•••	•••					58

4.	粉末の内包ガスならびに表面状態に及ぼす粉末製造条件の影響	60
4.1	緒 言	60
4.2	実験装置および実験方法	60

4.2.1 アトマイズ粉末の生成装置と生成方法	61
4.2.2 試料粉末の取扱い方法	62
4.2.3 粉末特性の測定方法	62
(1) 水分分析	62
(2) 表面分析	62
(3) T I G 試験 ·····	63
(4) 粉末のAr含有量および断面形態	64
4.2.4 粉末成形方法および機械的特性の評価方法	64
4.3 Arアトマイズ粉末の性状 ······	64
4.3.1 粉末のガス含有量	66
 (1) 粒度とガス含有量の関係 ······ 	66
(2) 溶湯/ガス比とガス含有量の関係	66
4.3.2 粉末ガス含有量と粒内ポロシティーの関係	68
4.3.3 粉末成形体の性状	69
(1) ミクロ組織 ・・・・・	69
(2) 機械的特性	70
4.4 粉末表面性状と粉末冷却速度との関係(N2アトマイズ粉末に関して)	70
4.4.1 N2アトマイズ粉末の断面形態	71
4.4.2 粉末の含有水分	71
4.4.3 粉末表面の生成物	72
 N i の存在形態 ····································	72
(2) Crの存在形態	73
(3) Moの存在形態 ······	73
(4) Nbの存在形態 ····································	73
4.4.4 溶接ブローホール	75
4.4.5 N2アトマイズ粉末成形材のミクロ組織と機械的特性	76
4.5 粉末成形材特性に及ぼすカプセル前処理方法の影響	76
4.5.1 ミクロ組織	76
4.5.2 機械的特性	79
4.6 結 言	80
5. 高合金粉末熱間押出し成形材の特性ならびにクラッド鋼管の作製	81
5.1 緒 言	81
5.2 実験方法	81
5.2.1 供試粉末	81
5.2.2 粉末成形体の特性評価方法	83
(1) 固化成形方法 ······	83
(2) 機械的特性の評価方法	84
(3) 耐食性の評価方法	84

4.	2.1	7	トマ	1	ズ	粉末	たの	生	成	装置	置と	生生	成	方	法									• • • •		• • • •		61
4.	2.2	試	料粉	末	の]	取扎	及し	方	法	•		•••				• • •								• • •	• • • •			62
4.	2.3	粉	末特	性	の	測分	官力	法	•••	• • •	• • •	• • •	• • •		• • •	•••		• • •		•••	• • • •		• • •	• • •				62
	(1)	水	分分	析			• • •		•••											• • •		• • • •				• • •		62
	(2)	表	面分	析	• •				•••															• • •				62
	(3)	Т	I G	試	験																					• • •		63
	(4)	粉	末の	A	r	含有	盲量	お	よ	び目	新司		態															64
4.	2.4	粉	末成	形	方	法才	32	び	機	械自	的牛	寺性	この	評	価	方法	E											64
4.	3 A	r	アト	7	1	ズ米	分末	0	性	状																		64
4.	3.1	粉	末の	ガ	ス	含有	盲量																					66
	(1)	粒	度と	ガ	ス	含有	有量	(D	関	係																		66
	(2)	溶	湯/	ガ	ス	比と	上力	ス	含	有量	量の	の関	係															66
4.	3.2	粉	末力	ス	含	有量	まと	粒	内	ポロ	13	ノテ	-1	-	0	関係	K.											68
4.	3.3	粉	末成	形	体	のた	生状																					69
	(1)	111	クロ	組	織																							69
	(2)	機	械的]特	性																							70
4.	4 粉	末	表面	i性	状	と米	分末	冷	却	速度	度。	10	関	係	(1	N27	- 1-	.7	17	ズ粉	末(こ関	12	て)				70
4.	4.1	N2	アト	7	1	ズ米	分末	:D	断	面升	形痕	北																71
4.	4.2	粉	末の)含	有	水分	子 ·																					71
4.	4.3	粉	末表	面	0	生质	戈牧	ŋ																				72
	(1)	Ν	i o)存	在	形寬	度.																					72
	(2)	С	r o	存	在	形寬	些.																					73
	(3)	М	00)存	在	形寬	起.																					73
	(4)	N	Ъ	存	在	形痕	度.																					73
4.	4.4	溶	接フ	-	-	木 -	- 12	,																				75
4.	4.5	N2	アト	7	1	ズ米	分末	成	形	材	D	ミク	. 1	組	織	と検	发标	我的	特性	生・								76
4.	5 彩	末	成形	材	特	性	こ及	E	す	力	1-	セル	前	処	理	方法	E O)影	響									76
4.	5.1	111	クロ	組	織																							76
4.	5.2	機	械的	」特	性																							79
4.	6 叙	÷	言																	• • •								80
5	. 葿	后合	金粉)末	熱	間打	甲出	11	成	形材	村口	の特	5性	tz	5	びに	ニク	ラ	ッ	ド鋼	間管の	の作	製					81
5.	1 斜	× 1	言																								 -	81
5.	2 〕	三験	方法																									81
5.	2.1	供	試粉	末																								81
5.	2.2	粉	末成	記形	体	04	寺州	評	価	方言	法																 1	83
	(1)	固	化时	記形	方	法																					 1	83
	(2)	楼	械的	为特	性	の	平伊	方	法																		 1	84
	(3)	而	食树	=0	評	価	方洋	÷ · ·																			 -	84
	,01	1101	~ 17		HI	three >	1 14	-																				

5.3 粉末押出し成形材の特性	85
5.3.1 密度および引張・衝撃特性	85
5.3.2 押出しに伴う P P B の変化挙動	86
5.3.3 粒界腐食およびサワーガス中のSCC挙動	88
5.4 高合金粉末/低合金鋼界面の接合ならびに複層材料の同時押出し	89
5.4.1 界面における成形挙動 ······	89
5.4.2 複層管の限界押出し比に及ぼす各因子の影響	91
5.5 高合金粉末/低合金鋼クラッド管の実製造装置による試作	95
5.5.1 試作方法ならびに特性評価方法	95
5.5.2 試作管の特性評価	95
(1) 熱間押出し後の試作管の外観	95
(2) 寸法,形状,マクロ組織	96
(3) 界面および母材の特性(3) の特徴	96
(4) 高合金ライナー部(Alloy625クラッド部)の耐食性 ······	100
5.6 結 言	101

6	;. 結 論	102
参	¥ 照 文 献 ·····	106
引	用 論 文	109
謝	• 辞·····	110

第1章 緒 論

第1章 緒 論

1.1 本研究の目的

金属材料に要求される性能はますます高度になってきており,成分ならびに加工法の改 良による特性向上とともに,必要性能を満足する材料を複合化することによる高性能化が さかんに行われている. そのなかで、優れた耐食性とともに十分な強度を有する管材料が 高温で腐食性が高い環境の油井プラント用あるいは化学工業用配管,またエネルギープラ ントの熱交管などの用途向けに求められている.このような素材の需要に対して,高強度 低合金鋼に耐食性の優れた高合金を密着・複合化したクラッド材料は、特性面ならびに価 格の点でも優れた素材になることが期待される.しかしながら一般に高合金は難加工材料 であり,変形能が劣るうえに変形抵抗が高いため製造が困難である.さらにその加工性が 低合金鋼とは大きく隔たっていることから, 高合金管・棒の製造に用いられる熱間押出し 法によるクラッド製品の製造はきわめて困難であった.

そこでニアネットシェイプ成形と急冷凝固による成分偏析抑制という粉末冶金法の利点 に着目して,低合金鋼ビレットと軟鋼カプセルとの環状間隙に高合金粉末を充填して組み 立てた複層ビレットに熱間押出しを施してクラッド管を製造することが試みられた. ここ で用いられる高合金粉末は,熱間押出し前の予熱工程で焼結が十分に進行し,その後の押 出し工程により緻密な固化成形層が生成されるよう微粒であること, 高合金の特性が十分 に発揮されるよう表面が清浄で内部にガスを含有しないことが必要である. さらに高合金 粉末成形層と低合金鋼で構成されるクラッド材料を成形することができ、さらに粉末成形 層が所定の特性を示すように、高合金クラッド鋼管の適正な加工条件を明らかにすること が求められる.

さて粉末冶金法は鉄系の焼結機械部品の製造を中心に広く適用され,材料歩留りが高い ことや製品形状に加工する工程が省略できること、ならびに切削工具や圧延ロール材料と して優れた耐摩耗性や耐熱性等を示すことから、工業的製造法として着実な伸びを示して いる.また粉末冶金法は高速度鋼や高Ni合金鋼の素形材製造においても、溶製材法では実 現できない偏析軽減あるいは脆性相の出現抑制等の利点を有するため、切削工具あるいは 油井機器や航空機部品に適用されつつある. さらに最近では微粉末ペーストの良好な流動 性を利用した射出成形法により,小型で複雑形状を呈する部品が数多く製造されている.

このような状況を反映して鉄系の原料粉末の製造量は最近約10年間に渡って年率約10% に近い高い伸びを示し、1995年度における国内出荷量は年間約10万いに達している1.2). 鉄系粉末は還元法あるいは水アトマイズ法によって大部分が製造されているが、近年アト マイズ法による粉末の比率が増している.また銅系粉末も焼結機械部品を中心にその出荷 量は年間約5000以に達しておりい,電解法ならびにアトマイズ法によって製造されている が,アトマイズ法によって製造される粉末の比率が増しつつある.

いっぽう高速度鋼をはじめとする工具鋼は多種類の成分を含むため、大部分は水あるい は不活性ガス等を噴霧媒とするアトマイズ法によって製造されており、偏析の軽減や析出

物の微細化が図られている.

このなかで酸化による特性劣化を避けるべき成分系の場合には不活性ガスを噴霧媒体に 用いるガスアトマイズ法が適用されることが多く、噴霧媒には高純度の窒素ガスあるいは アルゴンガスが用いられる. 高圧ガスの費用ないしはガスを昇圧して循環する設備費用が 高額のため、ガスアトマイズ粉は水アトマイズ粉に比べると一般的に高価である.ガスア トマイズ粉末は市販品と内製によって消費されるものも合わせれば国内生産量は年間1000 ~1500t と見積られており、前述の鉄系や銅系粉末に比べると少量ではあるが、酸化物の 生成が水アトマイズ粉に比べて格段に少なくて清浄であること, 球形で流動性ならびに充 **塩性が良いことから、工具や化学プラント用素材等の用途にその製造量は増加する傾向に** ある.このため製造コストの低減ならびに品質の向上が求められており、粉末製造条件が 生成粉末の特性に与える影響を明らかにすることが求められる.

またカプセル内への粉末充填密度の増大による成形性の向上ならびに焼結性の向上ある いは急冷凝固による偏析軽減などの観点から微粉末に対する需要が従来にも増して高まっ ており、粉末の安価供給に応えるためにも微粉収率の向上が求められている、微粉生成に は一般に噴射ガスの流量・圧力を増すことが有効とされており、とくにアトマイズノズル について適正な設計を行い運転することが必要である.

ちなみに、国内外で公表されているガスアトマイズ粉末製造設備の概況は表1.1 に示す とおりである.このように多数のプラントが稼働して製造能力は年間約35,000トンに達し, その用途から推して微細かつ高清浄な粉末の生成が要望されていると考えられる、しかし ながらガスアトマイズ粉末の製造プロセスに関して,高清浄粉末ならびに微粉末の製造に 関する系統的な研究結果は見当たらない.

とくに高Ni合金などきわめて高い品質が要求されるものは、市販されず内製により消費 されている粉末が多いためか、その製造技術に関する研究は報告例が見当たらない。粉末 材料は急冷凝固しており成分偏析に伴う脆性相の出現は抑制できるが、粉末表面の汚染に よるPPB(旧粉末粒界)の残留ならびにこれに起因するミクロ組織の異常は解消しなけ ればならない課題である、このように高合金粉末材の特性を十分に活用するには、粉末材 料の特性に与える粉末製造条件の影響を明らかにすることが強く求められる。

		表1.1 国内外	の商用ガスアトー	マイズ設備
国名	機関	設備規模	品種	主用途
スウェーテ゛ン	ANPAB	5 t/CH炉	ステンレス,	製管素材,工具鋼
	ASEA	2.5	ステンレス,高合金	HIP用粉末
	Kloster	30	ハイス	工具
	Hoganas	1,0.25	超合金	溶射用粉末
*	Crucible	2.3	超合金	航空機部品 油井部品
	UFP	1.2	ステンレス 各種	射出成形用粉末ほか
日本	山陽特殊製鋼	2	NAX MnAl	工具 磁石
	神戸製鋼	0.5,0.1	ハイス 超合金	工具 エネルキ゛ーフ゜ラント部材
	日立金属	0.5	ハイス 磁性材	工具 軟磁性部品
	大同特殊鋼	1.2,0.4	ステンレス, ハイス	71119- 工具

つぎに粉末の固化成形については、従来から金型プレス成形-焼結ないしはHIP成形 が用いられてきた.本研究の対象である高合金管・棒については生産性の観点から溶製材 用の主幹設備である熱間押出し装置が適用できる粉末カプセル充填-CIP-熱間押出し 法(CIP-押出し法と呼称)が適している.この方法はANVAL社がステンレス管の 製造に適用しているが³¹、本研究の対象とする高合金粉末の熱間押出し成形ならびにクラ ッド材料の生成については知見が限られているため、粉末材料の成形挙動を把握して品質 の高い製品を生成するための適正条件を見いだす必要がある.

金型プレス成形材ならびにHIP成形材に比べて熱間押出し材は塑性加工度がきわめて 大きく、短時間に加工できる点が特徴である.したがって固化成形材の品質に影響を与え ると考えられる、粉末相互あるいは高合金粉末と低合金鋼ビレットの接合の挙動、PPB を越える結晶粒成長の挙動、粉末に内包された不活性ガスの挙動を十分に把握・検討して 原料粉末の適正仕様、粉末管製造の適正条件を求める必要がある.

このように現に商用に供されているガスアトマイズ粉末製造設備は相当数に上るが,ガ スアトマイズ粉末を使用する製品への要求性能の高度化あるいは新しい製品分野への供給 に適応した微粉末収率の向上ならびに粉末の清浄度の向上が課題となっている.また前述 のとおりCIP-押出し法によるステンレス管は生産されているが,高合金管あるいは高 合金/低合金鋼クラッド管は製造されるまでには至っていない.すなわち,高合金粉末冶 金の工業技術をより発展させて粉末製品の高性能化,溶製材法では生成できない新製品の 製造,それらを通じての省資源,省エネルギー化に寄与するには次の課題がある.

(1) アトマイズノズル装置の適正設計:粉末製造の中心となる装置であるが,設計ならび に運転条件が不適正であると溶湯(溶融状態の合金)の吹き上げに伴うノズル閉塞を生じて 運転停止の事態を招く.これは設備の補修を要する場合が多く生産上の大きな障害になる とともに原料溶湯の廃棄に伴う製造費用の増大を招来する.また,微粉末を製造するため の既往の知見は実験範囲が限られているとともに実験結果のバラツキも大きく,かつアト マイズノズルの諸元が十分に開示されていないために,その設計方法についてはきわめて 不明確である.したがって吹き上げの無い安定状態で微粉末を製造できるアトマイズノズ ルの諸元について十分な検討を加える必要がある.

(2) 生成粉末の特性向上:粉末の表面清浄度ならびに含有ガスは粉末成形材の性能に重大 な影響を及ぼすが,表面分析の結果あるいは含有ガス成分値の例が報告されているのみで あり,粉末製造装置ならびに製造方法との関係を解明して適正条件で粉末を生成すること が必要である.

(3) 粉末成形条件の明確化:粉末高合金材料については急冷による偏析軽減,脆性相の析 出を抑制する優れた特徴を活用して粉末成形材の特性向上ないしは溶製材で実現できない 素材の提供を果たせる可能性が大きいが,その特性を十分に発揮させるための粉末の仕様 ならびに粉末成形の適正条件を明確にすることが求められる.

そこで本研究ではガスアトマイズ粉末ならびに粉末製品に求められている性能向上のた

めの基礎的知見を得るため、粉末製造については微粉末を高効率で生成するのに適したア トマイズノズルの設計ならびに運転条件を明らかにするとともに、粉末表面の汚染および 内部に捕捉されるガスと粉末製造条件との関係を明らかにすることを目的とした.また粉 末成形については粉末性状と成形材特性との関係ならびに適正な成形条件について検討し、 高合金粉末成形層を低合金鋼に密着・複層化したクラッド管を作製する適正条件を求める こととした.すなわち本研究は次の諸点を明らかにしようとするものである.

(1)アトマイズノズルの粉化領域に生成するガス逆流と溶湯が吹き上げる挙動との関係な らびにアトマイズノズルの幾何焦点におけるガス流速を増大させる条件を明確にするため, 溶湯流が噴射ガスによって粉化される領域におけるガス流れ場の特性を把握する.実験な らびにモデル解析により,溶湯供給管出口に生成する負圧の特性,溶湯供給管の下方に噴 射ガスによって形成される逆円錐領域内の圧力分布ならびにアトマイズノズルの幾何焦点 周りのガス流速分布を明らかにする.

 (2)ガスアトマイズ粉末の粒度に関連する因子をモデル解析によって抽出したあと、生成 粉末粒度に与えるガス/溶湯流量比の影響ならびにアトマイズノズルの諸元とガス噴射条 件で定まる幾何焦点周りのガス流速分布の影響を実験により明らかにする.
 (3)高Ni合金粉末の表面吸着物、反応生成物あるいは析出物を明らかにするとともに、こ れらの粉末表面付着物に与える粉末生成条件の影響ならびに粉末成形材特性への影響を解 明する.また粉末内部に捕捉される不活性ガス量と粉末生成条件との関係ならびに固化成 形材の特性への影響を明らかにする.

(4)高合金粉末の押出し成形における粉末の変形および固化成形に関する挙動ならびに粉 末材と溶製材の界面接合に関する挙動を明らかにする.また,これらの知見を総合的に活 用して,CIP-押出し法により高合金クラッド鋼管を試作し,本研究の粉末製造技術な らびに成形技術の有効性を実証する.

以上に述べたように本研究では高合金粉末成形材の製造技術に関する研究の一環として, 粉末製造用アトマイズノズルによって生成されるガス流れ場の挙動を把握して,噴霧条件 と生成粉末粒度との関係を求めるとともに,ガスアトマイズ粉末の品質と粉末製造条件と の関係,ならびに押出し加工における粉末相互および粉末と溶製材との接合挙動を明らか にしようとするものである. 1.2 既往の研究

ここでは本研究に関連すると考えられる,ノズル噴出ガスが集合したガス流れ挙動に関 する研究,液体燃料の微粒化に関する研究およびアトマイズ粉末の粒度とアトマイズ条件 との関係に関する研究,さらに合金粉末の表面性状ならびに粉末成形材の特性に関する既 往の研究を概観する.

1.2.1 ノズルから噴出するガス流れの挙動

(1)単孔ノズルのガス噴流

直円管ならびにラバルノズルより流出するガス噴流については圧縮性を考慮した非粘性 流れと衝撃波および膨張波の理論によって説明されているが⁴⁾,実際の衝撃波はノズル内 に発生する管壁境界層や噴流境界のせん断流層との干渉によって複雑な様相を呈すること が児島ら⁵⁾によって指摘されている.直円管から流出する空気噴流に関して,児島ら⁶⁾は 管内径が4~16mmの長い直円管を用いた実験的研究を行い,急膨張のために流れは管出口 直前から加速されてマッハ数(Ma)が1~2の範囲で不足膨張超音速噴流となること,擬似衝 撃波の長さとMa,管内径との関係ならびに噴流の全圧および静圧の分布を明らかにすると ともに流れの形態や擬似衝撃波の構造について言及している.さらに児島ら⁷⁾は直円管か ら噴出させた亜音速から超音速までの噴流の瞬間的流れ挙動を観察し,Maによるガス流れ の挙動の変化を明らかにしている.すなわち,Maが約1よりやや大きい遷音速域から超音 速域で流れは自励振動して非対称となり,とくにMa=1.2~1.3 では連続したダイヤモンド セルの振動が増して流れが蛇行すること,Ma=1.35~1.5では拡散が助長されて噴流は亜音 速に早く減衰して擬似衝撃波長さも減少するが,Ma>1.5ではMaの増大とともに流れの変動 が減少して超音速域が下流側に延伸することを述べている.

いっぽう,永井*)はスロート径が10mmで出口径の異なるラバルノズルを用いて生成した 空気噴流について,流れ挙動を観察するとともに全圧,静圧の分布を測定して局所質量流 束の半径方向分布は非圧縮性軸対称噴流の拡散理論の相似解とほぼ一致すること,また擬 似衝撃波の長さは直管内の擬似衝撃波に対して提案された拡散モデル式でほぼ表されるこ とも明らかにしている.

望月ら^{*)}はテーパー管ならびにテーパー管と円筒部を有するノズルを用いて高圧Arガス の噴流を生成し、セル長さの増加が噴射圧力に比例することを示している.

(2)環状ノズルのガス噴流

A. Unal¹⁰ は外径が10mmの円筒(溶湯供給管に相当)の外周を囲む末広がりな環状の間隙 から, Ar, N₂, Heの不活性ガスを圧力が約2.5MPaで噴出させ,上昇する環状噴流について シュリーレン法で可視化をしている.噴流内に発生する衝撃波の形態ならびに噴流全体の 挙動を観察し,噴流内に生成する膨張波と圧縮波ならびに環状噴流と管端部で囲まれる円 錐状領域に循環渦(recirculation vortex)が生成することを述べている.これらのガス流 れの挙動はペンシル型アトマイズノズル(多数の独立した噴射孔を溶湯供給管を囲む円周 上に配したアトマイズノズルの方式)のガス流れ形態と同様であるが,溶湯供給管の突き 出し長による負圧の変化は少ないことを示している. (3)合流噴流の挙動ならびに噴流相互の干渉

不足膨張噴流の干渉に関して,平行な噴流ならびに衝突噴流に関する研究が児島ら¹¹ ^{12.13)}によって実施され,平行噴流については干渉のために単一噴流の自励振動よりも顕 著な振動現象が生じ,Maが大きいほど噴流の拡散,減衰が著しいこと,衝突角度が45°~ 90°の範囲の衝突噴流では衝突角度が大きいほど噴流の速度減衰が著しいことを明らかに している.

望月ら¹⁴⁾は60[°]の角度で軸心が交差する2個のラバルノズルあるいはテーパー状ノズル から高圧Arガスを噴出させて衝突域のガス流れをパターン分類した結果,噴流中の第3な いし第4セルより上流の位置で噴流が衝突すると圧縮された密度の高い領域が円錐状に広 がり,第4セルより下流のガス流速が音速に近い位置で噴流が衝突すると,ほぼ同直径で 密度の高い流れがある長さに渡って生成することを明らかにしている.

以上のように単一もしくは複数のノズルから噴出するガス流れについて、その挙動が明 らかにされ発生衝撃波の種類や位置、全圧ならびに静圧の分布については明らかになって いる.

1.2.2 アトマイズノズルにおける噴射流体の挙動
 金属粉末生成用のアトマイズノズルについてガス流動特性を検討した例として次の研究
 が見受けられる.

(1) 溶湯供給管出口の負圧と溶湯供給管諸元の関係

Figliolaら¹⁵⁾は18個の直円孔ノズルを有し、その軸心が頂角45°で交差するよう配置されたペンシル方式アトマイズノズルについて、溶湯供給管先端の形状と発生負圧との関係を検討し、溶湯供給管の先端が直円筒状あるいは噴射孔軸芯が交差する頂角45°と同一の 頂角を有する円錐形の場合に負圧が発生するとしている.またVeistinenら¹⁶⁾はガス噴射 孔の流路が交差部分を有し超音波を発生するとされるアトマイズノズル(超音波アトマイ ズノズル)について、溶湯供給管先端の45°部分が長いと溶湯供給管位置によらず負圧が 発生しないこと、溶湯供給管先端の角度が大きいほど発生負圧の値が大きいこと、Arガス に比べて窒素ガスのほうが発生負圧が大きいことを述べている.さらに、Baramら¹⁷⁾は超 音波アトマイズノズルについて先端形状の異なる溶湯供給管を用いた実験の結果、溶湯供 給管先端部とガスジェットのコアー部とに間隙がある場合に負圧が発生することを述べて いる.

(2)ガス流れの形態ならびにガス流速の分布

関野ら¹⁸⁾は環帯からガス噴射する方式のフリーフォール(Free-fall)型アトマイズノズ ルによって生成するガス流速の分布を測定し,環状噴流が環状リングに衝突する位置を調 整してガス流れが焦点を結ばないような円筒形の流速分布とした場合に溶湯の吹き上げが 無くなることを述べている.

Figliolaら¹⁵ は前記(1)のアトマイズノズルについて噴射ガス圧力を変化させてガス流 れを観察した結果, 6.0~12.4MPaの場合にウエスト部分に明瞭なマッハディスクが形成さ れ, 12.4MPa 以上の高圧では拡散して消滅したと述べている.またRidderら¹⁹⁾はペンシル 方式で溶湯供給管とガス噴射器が一体配置されて溶湯の自由流下域が無いコンファインド 型アトマイズノズルのガス流れを可視化してIncident/Reflected衝撃波の発生ならびにマ ッハディスクの生成を明らかにしている.

Andersonら²⁰はペンシル方式コンファインドノズルの流れ挙動を浅底水槽を用いた可視 化手法によって検討し、溶湯供給管の先端に渦流が生成しており後流 (wake) が形成され ることを示している.

(3) 水アトマイズノズルの流動特性

金属微粉末生成用の高圧水アトマイズノズルの流れ挙動について皆川ら21)は水ジェット 内に挿入したプローブに作用する引っ張り力から幾何焦点下流の一定区間で水流に垂直な 方向の速度成分が存在すると述べている.また,武田ら²²⁾,皆川ら²³⁾は環状の水噴射に よって生成する逆円錐コーン内の負圧分布を,またSekiら²⁴⁾はV字状水ジェットによって 生成される三角柱状コーン内の負圧分布をそれぞれ調べている. さらに新田ら²⁵ は水ジェ ットの噴出角9.7~ 30, 水圧が6~15MPaの場合について衝突点の水流速を測定し環帯幅 および噴出角が大きいほど衝突点での流速が増し、形成される円柱状水流の径も増すと述 べている.

以上のようにペンシル方式ないしは円環式アトマイズノズルについて生成されるガス流 れ場については、可視化や圧力分布測定によって流れ挙動の概略が把握されているのみで あり, 溶湯の吹き上げに影響するガス流れや噴霧領域のガス流速および流速分布等に関す る十分な知見が得られていない.また高圧水アトマイズノズルが生成する流れの挙動につ いては検討されているが、溶湯流の吹き上げとの関係は調べられていない.

1.2.3 アトマイズ粉末の粒度とアトマイズ条件の関係

溶湯のアトマイズに近い技術すなわち流体ジェットを吹き付けることによって別の流体 を微粒化する方法について,工業炉やエンジンなどに用いられる燃料噴霧装置あるいは農 薬散布用のノズルに関して、噴霧条件と生成粒子の特性との関係について多数の検討が為 されている^{26,27,28)},前記用途に用いられるノズルは高圧の被噴霧液体をノズルから噴出 させる場合と補助手段を用いて噴霧する場合があるが、噴霧する液体流に気流を噴射して 微粒化する2流体ノズルが溶湯噴霧に類似している.

抜山ら²⁹⁾は同軸噴射器を用いてアルコール、グリセリン、水の混合溶液を空気噴霧した 実験結果から面積平均径を与える(1-1)式を示しており、多数の論文に引用されている.

$$dvs = \frac{585}{V_{rel}} \left(\frac{\sigma_1}{\rho_1} \right)^{0.5} + 597 \left(\frac{\mu_1}{\sqrt{\rho_1 \cdot \sigma_1}} \right)^{0.45} \cdot \left(\frac{1000Q_1}{Q_a} \right)^{1.5}$$
(1-1)

dvs	:平均径	(μm)	Qa :空気の体積流量	(cm^3/s)
Q1	:液体の体積流量	(cm^3/s)	Vrel:空気と液体の噴出速度差	(m/s)
μ1	:液体の粘度 (dyne·s/cm²)	p1:液体の密度	(g/cm^3)

σ1:液体の表面張力 (dyne/cm)

稲村ら^{30,31)}はフラッシュ形同軸気流噴射弁の噴霧特性を空気-水系で研究し、平均粒 径および粒子速度の分布を明らかにしている. さらに空気流速と分裂形態との関係を調べ るとともに、液滴の数密度分布が上流では中心に鋭いピークを有するが下流では平均化さ れて一様な分布になることを明らかにしている.またKihmら³²⁾は二次元のフラッシュ形暗 射弁を用い噴出空気の出口Maが1.5 までの実験結果から、加速と減速を繰り返す衝撃波セ ルの流れにおいてはザウタ平均粒径は減少しないことを示している.

燃料油類や薬液類の噴霧装置は、高温かつ凝固を伴う溶湯用のアトマイズノズルとはそ の構造が異なるとともに、溶湯と燃料油や薬液類とは表面張力や粘度などの流動特性に関 わる物性値が大きく異なるため、燃料油類について得られた生成粒子径などを与える実験 式を溶湯アトマイズの場合にそのまま適用することはできない.

いっぽう、溶湯をアトマイズして金属粉末を生成する場合については、粉末製造条件が 粉末粒子径に与える影響について、式(1-2)~(1-5)に示す経験式、半理論式が提出されて いる、いずれも噴霧媒体の流速については対象とするアトマイズノズルについて測定した ものではなく計算値あるいはガス噴流の流速減衰のデータを援用している. (a) 岸高ら³³⁾ は水アトマイズ(2ジェット)で1550 Cの溶鉄を噴霧して粉末生成し次式を 得ている.

$$dp = K_{1} \cdot D_{1} \cdot \left(\frac{D_{1} \cdot \rho \cdot V_{w}}{\mu 1} \right)^{-0.57} \cdot \left(\frac{\rho \cdot D_{1} \cdot D_{1}}{\sigma 1} \right)^{-0.57}$$

(b)Smallら³⁴⁾ はHaynes Stellite No.31をガスアトマイズで生成し次式を得ている.

 $dp = K_2 \cdot ln (P_g/K_3)$

(c) Grandzol³⁵⁾はAISI4620鋼, 304ステンレス等の粉末を水アトマイズで生成し次式を得ている.

$$dp = \frac{2750}{V_{w} \cdot \sin(\alpha/2)}$$

(d)Lubanska³⁶⁾はガスアトマイズにより鉄系, 銅系等の粉末を生成し次式を得ている.

	$\frac{dp}{D1} = K_4 \cdot [(1+$	$\frac{M1}{Mg}) \cdot \frac{\nu 1}{\nu g} \cdot$	$\frac{\sigma 1}{\rho 1 \cdot D 1 \cdot V g^2}] 0.5$	(
Кı,	K2,K3,K4 :実験定	数		
dp	:粉末の平均径	(µm)	D1:溶湯供給管の内径	(μm)
M 1	:溶湯の質量流量	(kg/s)	Mg:ガスの質量流量	(kg/s)
Mw	:水の質量流量	(kg/s)	Pg :ガスの噴霧圧力	(Pa)
Vg	:ガスの流速	(m/s)	Vw:水の流速	(m/s)
ν 1	:溶湯の動粘度	(m^2/s)	ν g:ガスの動粘度	(m^2/s)
σ 1	:溶湯の表面張力	(N/m)	p 1:溶湯の密度	(kg/m^3)

 $(V_w^2) = -0.22 (M_w -0.043)$ (1-2)

(1-3)

(1-4)

(1-5)

α :噴霧媒の交角(apex angle)

We : ウェーバー数 (= ρ 1・D1・Vg² / σ 1)

このうち、Lubanskaの実験式(1-5)はペンシル型ノズルを使ったガスアトマイズ実験から 得られたものであるが水アトマイズにも適用できると報告されている37). (1-5)式はアト マイズ粉末の平均径とアトマイズ条件との関係を広い範囲で相関できるがバラツキも大き く、噴霧ガス流量が多い場合等について適切でないとの報告例がある38). また、アトマ イズ法で生成された粉末の粒度分布は対数正規分布に合致するとした報告例が多い39).

いっぽう,回転電極法については電極外周上での遠心力と表面張力との釣り合いを解いた (1-6)式が実験結果とよく一致することを奥野400が示している.このことから溶湯を微細 に分裂させる場合には溶湯滴のサイズを決定する溶湯物性として表面張力が重要であるこ とが分かる.

dp =		<u>6 · σ 1</u>	1	0.5	(1-6)
	ω	ρ1 · R	-		(1 0)
R:電極の当	半径	(m)		ω:電極の回転角速度	(rad/s)

以上のことからアトマイズ法で生成する粉末の粒子径について種々の実験式が提案され, 関連する因子と寄与の程度はほぼ推定できるが、ガス流れ場はアトマイズノズルの諸元な らびに運転条件によって異なるため、生成粉末の粒度を精度よく推定するためには噴霧領 域におけるガス流速の特性を考慮した検討が必要と考えられる.

1.2.4 ガスアトマイズ粉末の表面性状ならびに内包ガスの挙動

粉末冶金製品は一般にプレス成形と焼結工程によって製造されているが、ガスアトマイ ズ粉末は球形であるため金型プレスでなく,熱間静水圧成形(HIP)あるいは熱間押出し成 形によって真密度化して製品化される、ガスアトマイズを適用する粉末成形品は酸化を嫌 う高合金が多く、とくにミクロ組織的に欠陥の無いことが求められる. (1)粉末表面の性状

0lefjordら^{41,42)}は窒素アトマイズ法によって生成した25Crフェライト系ステンレス鋼 粉末の表面にはFe, Cr, Mn, Siの酸化物が、マルテンサイト系ステンレス鋼粉末の表面に は主としてFeの酸化物等が島状に生成しその厚みはいずれも5~10nm であることを示して いる.また、Nyborgら43.44)はREP装置のチャンバー雰囲気中の酸素ガス濃度を変えて (10,100,1000ppm) マルテンサイト系ステンレス鋼粉を作製し, 高酸素濃度雰囲気中で生 成した粉末表面の酸化物厚みが増すこと、生成した酸化物Cr203, Mn0, Si02は粉末表面の25 ~40% を占め,残りは鉄の酸化物であることを示している. さらにNyborgら45) は水アト マイズ法によって生成したtype304L鋼粉の表面が5~50nmの厚みのSi, Fe, Crの酸化物で覆 われること、酸化物の厚みは粉末粒度の増大に伴って増すことを示し、粗粒子では冷却速 度が小さいため酸化物の厚みが増すと考察している.

以上のように,粉末表面生成物の形態や量について詳しい分析が為されているが,粉末 製造条件との関係についてはわずかに雰囲気中酸素濃度の影響や冷却速度との関連につい て考察されているのみであり、粉末製造条件と表面酸化物との関連について十分な検討は されていない.

(2) 粉末に捕捉されたガス成分

粉末内部に捕捉された不活性ガスは、気孔と認められる数 μm サイズの比較的大きなも のとミクロボイドと呼ばれる数nmサイズの比較的小さいものに分けることができる. このうち、ミクロボイドについてFlinnら^{46,47,48)}は押出し成形材ないしはHIP成形 材の微細組織の特徴を調べるとともに結晶粒成長の抑制,引張強度やクリープ強度の向上 について論じている.

いっぽう気孔に関しては、粉末粒子内に含まれる不活性ガス成分について、Rabinら49) がHeを冷却媒とした遠心アトマイズ法で作製したSUS304鋼粉のHe含有量と粒子内の気孔量 とに相関があることを示している.滝川ら⁵⁰⁾は航空機用のNi基超合金材料について粉末 粒度とAr量との関係を示すとともに、微粉末を使用することにより実質的に含有ガスの影 響が無いようにすることが可能であることを述べている. 以上のように粉末中の気孔については存在の形態が述べられているにすぎず、粉末製造 条件との関係ならびに固化成形材の特性に与える影響については検討例が見受けられない.

1.2.5 熱間押出し法による粉末成形材料ならびにクラッド材料 (1)高・超合金成形材の特性

Gilman⁵¹⁾ はINCONEL alloy 625, HASTELLOY alloy G, IN-748のArアトマイズ粉末をカ プセル充填ののち,熱間押出し,熱間圧延,冷間圧延した成形材の熱間での引張特性,孔 食発生の有無,溶接性を調査している. その結果INCONEL alloy 625 粉末材の特性は溶製 材と同等であるが、HASTELLOY alloy G 粉末材は溶接性と耐食性が、IN-748粉末材は溶接 性がそれぞれ相当する溶製材よりも劣ると報告している.しかしながら粉末材の特性が溶 製材に対して劣る理由ならびに成形条件との関連については考察されていない. なお噴霧 ガスの捕捉を抑制するため少量のMgを添加した溶湯を調製している.

Rizzoら⁵²⁾はAlloy625のHIP成形材に関して,成形前のカプセル脱気が不十分である とA1酸化物のPPBが形成されて低延性となること、溶体化と時効の各種熱処理を施した 場合の粒界の炭化物挙動について述べている. Flinnら⁵³⁾はHeアトマイズ法によって作製 し、平均径が20~120μmに粒度分けしたAlloy718粉末を熱間押出し成形した試料の引張特 性を調べ、粉末粒度による特性値の差違が無いこと、粉末材は結晶粒が微細であることに 起因して鋳造材に比べて高強度で延性は同様であることを述べている.

その他, Loria⁵⁴⁾は熱間押出し・圧延によって溶接用の粉末成形Alloy625線材を試作し て,溶金部が均一微細な組織になること,隙間腐食特性は溶製材と同等としている.また Loria⁵⁵はAllov718アトマイズ粉末を用いて熱間押出しによって航空機タービン部品向け のL型材を試作して、十分な機械的特性を有することを示している.

このように高Ni合金粉末の成形材について特性評価ならびに溶製材との特性相違要因に ついて検討されているが、粉末特性および成形条件と成形材特性との関係の解明は端緒に

ついた状態である.

(2)粉末/溶製材クラッド材料の特性

宮坂ら⁵⁶はHIP+熱間押出しによってHASTELLOY C-276粉末成形管を低合金鋼管の内 面に密着接合した油井管用の二重管を試作し特性を調べている.この方法はHIPによっ て超合金粉末層の緻密化ならびに低合金鋼との密着をさせたのちに熱間押出しによって二 重管を製造するので,両者の変形抵抗の比が約3.5 と大きく異なる素材を組み合わせた二 重管も製造できることを示している.また,二重管を組立ビレット方式で同時押出しでき るのは素材の変形抵抗比が2以下であることも述べている.

また Rizzoら⁵⁷⁾は炭素鋼製の部品の内面に高耐食材料のライナーをHIP法により接合した油井用配管部品を製造して性能を調べているが界面の接合状態については検討していない.

上述のように高合金の粉末成形材ならびに粉末クラッド材料の特性が調べられているが、 押出し成形における粉末相互および粉末と溶製材との接合・成形挙動ならびに生成した固 化成形材の特性について十分な知見は得られていない.このため高合金の優れた特性(耐 食性,耐熱性など)を発現するとともに優れた界面密着性を有する高合金/低合金鋼クラ ッド材料を製造するための基本的知見として,高合金粉末クラッド材の固化成形条件と耐 食性ならびに機械的特性との関連および粒子相互あるいは粉末と溶製材の接合および界面 密着性と成形条件との関連を明確にすることが求められる.

以上のように、ガス噴流の流動特性、アトマイズ粉末の粒度、粉末の表面状態、粉末内 部に捕捉されたガス成分の挙動およびガスアトマイズ高合金粉末の成形挙動とクラッド材 料の作製に関連する既往の研究の概要を述べたが、清浄で微細な粉末をガスアトマイズ法 によって生成し、高性能な固化成形材料を作製するためには、ガスアトマイズノズルから の高圧ガス噴射によって生成されるガス流れ場について詳細な流動解析を行って、生成粉 末の粒度特性と粉末製造条件との関係を明確にすること、表面の清浄度ならびに内包され るガス量と粉末製造条件の関係を求めること、および粉末材の適正な固化成形方法ならび にクラッド材料の製造条件に関して検討を加えることが必要である.

したがって,著者は次節に述べる内容に従って本研究を進めることとした.

1.3 本研究の概要

第1章においては、本研究の意義と目的を述べ、かつ本研究に関連する既往の研究を概 観するとともに、本研究の内容を明らかにしている.

第2章においてはガスアトマイズ法における噴霧安定性ならびにガスアトマイズノズル が生成するガス流れの流動特性に関する研究について述べている. すなわち,溶湯供給管とガス噴射器をほぼ一体に配設したアトマイズノズルを用いて, 多数のガスジェットによる逆円錐形の流れ場を形成し,シュリーレン法により可視化され たガス流れならびに溶湯の噴霧状況の観察から,吹き上げ現象の検討に必要なガス流動特 性について検討している.その検討結果を用いて,溶湯供給管出口ならびに溶湯供給管の 下方域の圧力変化挙動あるいは溶湯供給管とガス噴射器との環状間隙部のガス流れ特性に 与えるアトマイズノズル諸元の影響を検討し,吹き上げの要因を検討している.また,溶 湯供給管出口に負圧が生成する機構についても検討している. っぎに,幾何焦点周りのガス流速分布とガス噴射器の諸元ならびにガス噴射条件との関 係を検討している.とくに吹き上げを発生しない安定した噴霧と高流速ガス流れを両立す

係を検討している、とくに吹き上けを発生しない る条件を検討している.

第3章においてはガスアトマイズ法により生成する金属粉末の粒度特性に関する研究に ついて述べている.

すなわち、ガスの運動エネルギーが粉末表面エネルギーに部分的に変換されるとして導 いたモデル式から、アトマイズ粉末の平均径に対して噴射ガスの平均流速、溶湯/ガス流 量比が影響すると分析し、ガス噴射孔と幾何焦点の近接度あるいは噴射角度が異なるアト マイズノズルを用いるとともに、溶湯流量、ガス流量などを変えた実験により各因子の影 響度を求めている.

また高角度でガス噴射した場合に得られる凹形ガス流速分布の場合と通例の凸形ガス流 速分布の場合とについて,生成する粉末の粒度分布とガス流速分布との関係を求め,ガス 流速分布が粒度分布に与える影響を検討している.

第4章においては粉末に捕捉された噴霧媒体ガスの成形材特性への影響ならびに粉末の 表面性状に及ぼすアトマイズ粉末生成条件の影響に関する研究について述べている. すなわち, Arガスアトマイズ粉末のAr量と粒内ポロシティーとの関係ならびにAr量とア トマイズ条件との関係を検討している.また噴霧媒体ガスが粉末成形材のミクロ組織に与 える影響を検討している.

つぎに,粉末冷却速度を変化させて高Ni合金粉末を生成し,粉末表面の酸化物・水酸化物ならびに水分との関連を検討している.またアトマイズ粉末表面の酸化物・水酸化物が 成形材の特性に及ぼす影響を検討するとともに,TIG試験を用いた定量的評価方法を検 討している.

第5章においては粉末成形材の組織と粉末性状,成形条件との関係ならびに粉末押出し 法による高合金クラッド材料の特性に関する研究について述べている.

すなわち,粉末成形材のマクロ組織,ミクロ組織に及ぼす成形条件(押出し比,加工温 度)ならびに粉末性状(表面生成物,内包ガス)の影響を検討するとともに,機械的特性 ・耐食性・熱間加工性など粉末成形材の特性評価結果を示している。

また,高Ni合金粉末層を低合金鋼管の内面に密着させた高合金クラッド鋼管を作製して. 粉末性状,成形条件がクラッド管の特性に与える影響を検討し,高合金クラッド鋼管製造 に関して本研究で得られたガスアトマイズ粉末の製法ならびにCIP-押出し法の工業的 な有用性を検証している.

第6章は結論であり、本研究の内容を総括している.

第2章 一体型アトマイズノズルに

おけるガス流れの挙動

第2章 一体型アトマイズノズルにおけるガス流れの挙動

2.1 緒 言

ガスアトマイズ法はガス媒体を吹き付けることにより溶湯流を粉砕,冷却して粉末を生 成する方法であり、工業生産には目標粒度の粉末を安定して生成することができるガス噴 射装置(アトマイズノズル)が重要である.アトマイズノズルの安定運転には、噴射ガス から派生した逆流ガスが溶湯流から分裂した溶湯滴を吹き上げ,アトマイズノズルに沈着, 成長させることによるノズル閉塞(Blockageもしくは Freeze-offと呼ばれる現象)を発生さ せないことが第一に求められる.しかしながら一般に微粉末の生成を目指して大流量,高 流速のガスを溶湯流に吹き付けると上記のノズル閉塞が発生しやすい. したがってガス流 動の点からは、溶湯滴を吹き上げる逆流ガスが許容範囲内であること、ならびに溶湯が溶 湯供給管内を流下してガス流れ場に供給されるよう溶湯供給管出口が周囲と比べて低圧に なることが求められる.

ノズル閉塞ないしはアトマイズ操作の安定性に関する公表された知見は限定されており, 1.2.2 項 に述べたように、関野ら¹⁸⁾はフリーフォール(Free-fall)型の環帯式アトマイズ ノズルについて、噴射ガスの主流が焦点を結ばないような円筒形の速度分布にした場合に は溶鋼の吹き上げが無いとしている. Anderson ら²⁰⁾はコンファインド(Confined)型ア トマイズノズルについて、溶湯供給管出口が負圧であれば安定したアトマイズ状態になる としている.これに関連して Veistinen ら¹⁸⁾は溶湯供給管先端の形状と発生する負圧との 関係を検討している、しかしこれらのガス流れの研究では溶湯供給管の下方域に生成する、 溶湯を吹き上げようとするガス渦流れとノズル閉塞との関連については議論されておらず, 溶湯吹き上げの限界条件ならびにその理由は明らかにされていない、したがってアトマイ ズノズルから噴射されるガス流れについて溶湯吹き上げを生じない安定運転条件を明らか にすることが必要である.

またアトマイズ粉末の粒度に関して、溶湯流の粉砕には流量と流速によって決定される 噴霧媒体の運動エネルギーが強く影響するため、微粉末を効率的に生成するには溶湯流に 噴射するガス噴流の流速を高くすることが重要と考えられる. ガス噴流の特性については 1.2.1 項および 1.2.2 項に従来の知見を述べたが、アトマイズノズルが牛成するガス流れの 形態観察がなされているのみであり^{18,19)},ガス流速についての詳細は言及されていない。 よって溶湯吹き上げを生じない条件のもとで、ガス流れの流速特性とアトマイズノズル諸 元およびガス噴射条件との関係を明らかにすることが必要である.

そこで著者はアトマイズノズルの安定運転条件ならびに高流速のガスジェットを生成す る条件を明らかにするため、ガスアトマイズノズルにおける噴射ガスの流動特性に関する 研究を行うことにした.本章では、溶湯供給管とガス噴射器をほぼ一体に配設し、多数の ガスジェットが逆円錐形の流れ場を形成するアトマイズノズルについて、シュリーレン法 により可視化したガス流れならびに溶湯の噴霧状況を観察することにより、吹き上げ現象 の検討に必要なガス流動特性について検討した.また吹き上げ現象と密接に関連する溶湯 供給管の出口近傍に負圧域が生成する機構についても検討した. それらの検討結果により, 溶湯供給管の出口近傍における圧力分布ならびにガス流れが吹き上げに関連することを明

らかにして, 圧力分布とガス流れに与えるアトマイズノズル諸元の影響を検討した. つぎにアトマイズノズルが生成するガス流れについて、中心軸に沿った垂直方向ならび に幾何焦点周りの水平方向におけるガス流速分布の特性を検討した、とくに幾何焦点周り のガス流速に与えるアトマイズノズルの噴射角度、溶湯供給管と噴射孔との距離などの設 計諸元および噴射孔の断面形状,ガス圧力,流量などの噴射条件の影響を検討した. このように本章では吹き上げを発生させず微粉末を高効率で生成できるよう、アトマイ ズノズルから噴射されるガス流れについて逆流ガス抑制と高流速化を目的として、アトマ イズノズルの諸元とガス流れとの関係について検討する.

2.2 実験装置および実験方法

供試アトマイズノズルから噴射されるガス流れの可視化観察ならびに溶湯の噴霧状態の 観察を行い、それらの観察結果から溶湯滴の吹き上げに強く影響すると考えられる溶湯供 給管の出口近傍の圧力分布を測定した.また,溶湯流が粉砕される幾何焦点周りのガス流 速を測定してアトマイズノズル諸元との関係を検討した.

2.2.1 供試ガスアトマイズノズル

実験に供した代表的なアトマイズノズルの断面図を Fig.2-1 (1)に、各アトマイズノズル の主要寸法を Table2-1 に示す. ここで Fig.2-1 (2)に示すとおりアトマイズノズル typeC は typeBに比べて溶湯供給管とガス噴射器の間隙を狭くし、ガス噴射孔を溶湯供給管に近づ けて幾何焦点との距離を減じたものである.また typeCL ではガス噴射孔の断面をテーパ 状に加工した.Nはガス噴射孔の数である.

No. t	ype	α	Dn (mm)	Dc (mm)	dn (mm)	N
1 -1	В	20	22	16	1.0	20
① -2	В	40 *	22	16	1.0	20
① -3	В	50	22	16	1.0	20
① -4	В	65	22	16	1.0	20
① -5	В	90 *	22	16	1.0	20
① -6	В	100	22	16	1.0	20
① -7	В	120	22	16	1.0	20
2 -1	В	20	21	16	0.7	18
2 -2	В	20	21	16	1.0	18
2 -3	В	20	21	16	1.2	18
3	В	30	22	16	1.2	20
④ -1	С	30	13	12	1.2	20
④ -2	CL	30	13	12	1.2x1.6	20

N :number of gas nozzles



Fig.2-1(1) Schematic of atomization nozzle used in this study

Fig.2-1(1) に示すとおり供試アトマイズノズルでは原料の溶湯をガス流れ場に供給する溶 湯供給管(Melt delivery tube)が噴射ガスの流れ場に直接開口しており、溶湯は溶湯供給 管出口から自由流下しないままガス流れによって粉砕されることが観察されるので、コン ファインド型の一種に類別できる.本アトマイズノズルではガス噴射器から高圧のガスを、 複数の独立した噴射孔を通して斜め下向きに一定の角度で幾何焦点 (Geometrical focus) に 向かって噴射するとともに、噴射ガスの流れ場に溶湯供給管端部を突き出すことにより、 2.4 節に後述するように溶湯供給管の出口近傍に負圧域を生成して、溶湯の円滑な流下を 促す作用を有している.

2.2.2 ガス噴射実験装置

実験装置の概略構成を溶湯供給管出口の圧力を測定する場合について Fig.2-2 に示す. 高圧ガスの集合容器から配管,減圧弁を介してアトマイズノズルに不活性ガスを供給した. アトマイズノズルから噴出させるガス圧力はアトマイズノズル上流に設けた弁によって調 整し、この圧力調整弁の下流に設けた圧力計によって測定した. アトマイズノズルから噴射するガスと同種のガスで内部がほぼ置換されたタンク内にア トマイズノズルを固定し、微動装置を用いて圧力測定プローブを測定範囲内の任意の点に 移動してアトマイズノズルから噴射されるガス流れ場の状態を測定した、タンク底部は導 管を通じて大気開放されており、ガス噴射実験においてタンク内圧は大気圧にほぼ等しか った。







Fig.2-1(2) Typical dimensions of the atomization nozzle typeB and typeC.

Fig.2-2 Schematic of pressure probe experiment for gas atomization.



2.2.3 噴射ガスの特性量の測定方法

(1) 圧力測定プローブ

溶湯供給管出口の圧力を測定するには、熱間でのアトマイズ粉末生成に用いる溶湯供給 管と外径が同一のステンレス管を圧力測定プローブIとして微動装置に取り付け, Fig.2-1 (1)に示すようにガス噴射器の中央に挿入して、プローブIの先端位置とガスアトマイズ ノズルのガス噴射孔との垂直方向距離である突き出し長 Lm が所定の値になるよう調整 した、さらにまた溶湯供給管を所定位置に固定したまま、その内側に細い直管の圧力プロ -ブⅡを溶湯供給管中心の貫通孔との気密を保ちつつ溶湯供給管の中心軸上を移動させて. 各点の圧力を測定した. 圧力プローブⅠ, Ⅱは片端を圧力導管によって差圧計の測定孔に 接続して大気との圧力差を記録した.

(2) ガス流量の測定

実験範囲内ではアトマイズノズルの噴射孔内でチョークした状態であったため、ガス流 量は噴射孔の断面積の合計と供給ガス圧力から(2-1)式⁷³⁾に従って算出するとともに、上 記のガス集合容器の容量と一定圧力でガスを噴射した実験における当該容器内のガス圧力 の減少量から(2-2)式でガス流量を計算して両者がほぼ一致することを確かめた。

Mg=	$\frac{P \circ A^{*}}{(R T \circ)} \left\{ \kappa \cdot \left(\frac{2}{\kappa+1}\right) \right\}^{\kappa}$	$\frac{+1}{-1}$ 0.5
A*	:噴射孔の最小断面積の合計	m ²
Mg	:ガスの質量流量	kg/s
Ρο	:噴射ガス圧力	Ра
R	:ガス定数	J/(kg·K)
T o	:噴射前のガス温度	K
κ	:比熱比	

 $M_{g}=(P_{1} - P_{2}) \cdot V/(R \cdot T_{0})/t$

1	:噴射前のガス圧力	Pa
2	:噴射後のガス圧力	Pa
/	:集合容器と配管の合計容積	m ³
	:噴射時間	S

(2-2)

(2-1)

(3) ガス流速の測定

2.3.1 項 に後述するとおり供試アトマイズノズルが生成する噴流の主流は垂直下向きで あるので、Fig.2-3 に示すピトー管を動圧孔が垂直上向きになるように微動装置に固定し、 Fig.2-4 に示すように幾何焦点を中心として左右方向あるいは垂直方向に移動して所定位置 において、ガス流れの全圧を測定した. Fig.2-2 に示すように上端の閉じた溶湯供給管が所 定位置に配置された供試アトマイズノズルを、出口が大気開放され内部がほぼ噴射ガスと 同種のガスで置換された内径 600mm のタンク内に固定し、所定圧力の Ar ガスを供給して 流速測定を行った.対象とする流れは断熱的であるとしてガス流速を(2-3)式⁷⁴⁾を用いて 計算した.

$$V_{g} = M_{1} \{ \kappa RT_{0} \}^{0.5} \{ 1 + \frac{(\kappa - 1)}{2} M_{1}^{2} \}^{-0}$$

ここでガス流れが亜音速の場合は(2-4)式でマッハ数 M」を求め、超音速流れの場合は (2-5) 式に示す Rayleigh のピトー管公式によって M₁を求めた⁷⁴⁾. なお全圧測定と同条件 でガス噴射し, Fig.2-3 に示す円錐形の先端部を有するプローブで静圧 Psを測定したとこ ろ大気圧との差はたかだか 10kPa であり、Psを大気圧として算出したガス流速 Vgの誤差 は大きくとも4%であった.なお本実験条件でArガスを噴射した場合, Vg が約 272m/s よ り大きい場合に超音速となる.

$$M_{1} = \begin{bmatrix} \frac{P_{t}}{P_{s}} & \frac{\kappa - 1}{\kappa} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \frac{\kappa - 1}{\kappa} \\ \frac{2}{\kappa - 1} \end{bmatrix}^{0}$$

$$\frac{Pt}{Ps} = \left\{ \frac{\kappa + 1}{2} M_{1}^{2} \right\} \xrightarrow{\kappa - 1} \left\{ \frac{\kappa + 1}{2 \kappa M_{1}^{2} - (\kappa - 1)} \right\}^{\kappa - 1}$$
(2-5)

Pt:全圧	Pa (但し超音速域ではピトー管
Ps:静圧	Ра
R:ガス定数	J/(kg·K)
Γ o:温度	K
Vg:ガス流速	m/s
κ:比熱比	

).5

$$(2-4)$$

管で測定する離脱衝撃波後の値)







Fig.2-4 Schematic of total pressure measurement for gas atomization.



(b) static pressure probe Fig.2-3 The pitot tube used in this study.

2.2.4 溶湯アトマイズの観察方法

Fig.2-2 に示すガス噴射実験装置の上部に溶湯供給装置を接続して粉末製造実験を行った。 Table2-2 に代表成分を示す合金塊を高周波溶解し、約 1500 Cに温度調節して Fig.2-1(1)に 示すアトマイズノズルの溶湯供給管に溶湯を供給した.溶湯供給管出口から流出する溶湯 に約4MPaのArガスを吹き付け、溶湯がアトマイズされる状況をアトマイズノズル側方に 設けた観察窓からビデオ撮影・録画した。

Table2-2 Chemical composition of the melting stock

-	for the atomizing experiments.						
	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Mo
Product UNS	0.004	0.45	0.47	0.002	2 0.00	02 21.1 20.0	1 8.84 8.0
N06625	<0.015	<0.5	<0.5	< 0.01	5 < 0.0	-23	3.0 -10.0
			Nb	Fe	Al	Ti	Ni
			3.66	3.45	0.06	0.005	59.5
			3.15				
			-4.15	<5.0	<0.4	<0.4	>58.0

2.3 噴射ガスならびに供給溶湯の流動特性

アトマイズノズルから噴射されるガスジェットの流動挙動を把握するため、ガスのみを 噴射してシュリーレン写真の撮影ならびに溶湯供給管出口近傍の圧力測定を行うとともに, 溶湯のアトマイズ状況をビデオ録画し観察した.これらの実験結果をもとにアトマイズの 安定運転条件に関して検討すべき事項を把握した.

2.3.1 噴射ガス流れの挙動~シュリーレン法による可視化観察 Table2-1 の③に諸元を示すアトマイズノズルを用い、ガス噴射のみを行ってガス流れの 特性を観察した. Fig.2-5(a)はアトマイズノズルから噴射されるガス流れの状況を側方か らシュリーレン法で撮影したものである.ガスは斜め下向きに噴射され,各ジェットには 擬似衝撃波が発生している、これらのガスジェットは溶湯供給管の端部が流路の延長線上 に存在するため、これを回避するように流動方向を滑らかに変えて溶湯供給管の端部を通 過し、ほぼ垂直下方へ流れる.このようにして溶湯供給管の出口側に噴射ガスジェット群 で囲まれた逆円錐状のガス流れが生成することが観察された.

噴射角度が異なる場合および溶湯供給管の突き出し長を増した場合におけるガスジェッ ト群の流れの状況を Fig.2-5 (b), (c)および同(d), (e)に示す.いずれの場合もガスジェット は溶湯供給管の端部を通過したあと、ほぼ垂直下方へ流れることが観察されるが、合流し たガスジェットに認められるマッハディスク19.20)と呼ばれる平板状の高密度な部分が認 められる領域は、噴射角度αが50°,65°の場合ではα=30°の場合に比べて短い.児島ら 13)による2個の噴流が衝突・合流した流れの研究においても同様の観察結果が得られてい 3



(a)typeB $\alpha = 30^{\circ}$ Lm=10mm



(b)typeB α = 50° Lm = 6mm



(d)typeB $\alpha = 30^{\circ}$ Lm=15mm Fig. 2-5 Schliren photograph of gas only flow for atomization nozzle.



(c)typeB α =65° Lm=6mm



(e)typeB $\alpha = 30^{\circ}$ Lm=20mm

2.3.2 溶湯供給管出口近傍の圧力分布およびガス流れ 溶湯供給管出口の圧力とアトマイズノズルの安定運転条件との関係を検討するため、溶 湯供給管の端面とガスジェットで囲まれた領域内のガス流れについて調べた、中心に内径 2.2 mmの貫通孔を有する外径 11.5mmの円柱状の溶湯供給管が所定の突き出し長となるよ うに、Table2-1 の③に諸元を示したアトマイズノズルの中心に固定し、圧力 1.1MPa の Ar ガスを噴射した.外径 2mm,内径 1.6mmの圧力プローブⅡを前記の貫通孔内を移動させ ることによりプローブⅡの先端と溶湯供給管の端面との垂直方向距離 Ziを変化させて、 各点の圧力の大気圧に対する差 Pzを測定した結果を Fig.2-6 に示す.

通常の溶湯アトマイズを行う状態での溶湯供給管位置(Lm=15mm)では、Pzは溶湯供給 管出口から下流に進むにしたがって増大し,溶湯供給管出口(Z1=0)での-12kPaから幾 何焦点(Lm+Zi=41mm)の約15mm上方の点(Zi=11mm)で極大値+12kPaの正圧を示したあ と減少して再び負圧値を示す.いっぽう吹き上げ現象が発生する場合の溶湯供給管突き出 し長(Lm=10mm)では,前述の通常のアトマイズ状態に比べて,溶湯供給管出口の圧力が 上昇して,幾何焦点の約23mm上方の点(Z1=8mm)で極大値+12kPaの正圧を示し,さらに Ziが増すと Pzは減少する. すなわち前記の通常アトマイズの状態に比べて圧力の極大値 はほぼ等しいものの,溶湯供給管出口の圧力が高く下方に向かって圧力は増加し, 溶湯供 給管出口から幾何焦点近傍までの間で正圧を示す領域が広い。なお前記二者の中間的な溶 湯供給管突き出し長(Lm=12mm)の場合は,正圧を示す領域の広さは前記二者のほぼ中間 の値を示した.また正圧の極大値を示す位置より下方で PzとZiの関係はLmによらずほぼ 同一の曲線で表された.

これらのことから,幾何焦点の近傍から上方に向かう逆流を含む渦流れが生成しており. 通常のアトマイズ条件では渦流れ域は小さく溶湯供給管出口では負圧であるのに対して, 吹き上げ状態の場合は渦流れ域が大きく形成されるため溶湯供給管出口の圧力が高くなる と解釈できる.なお、Fig.2-5のシュリーレン写真では上記の渦流れを撮影できなかった. 溶湯供給管の出口近傍のガス流れは周囲流体との密度差がほとんど無いためと考えられる. 2.3.3 項に後述する溶湯アトマイズで観察される溶湯の吹き上げは、この幾何焦点近傍か ら上方に向かうガス渦流れに起因するものと考えられる. 同様の渦流が生じる現象につい て, Anderson ら²⁰⁾ は噴射ガスジェットと溶湯供給管の先端部の位置関係によって変化す ることを示している.また Unal¹⁰⁾は鉛直方向に噴出する環状ジェットが内側に曲がって よどみ点を生成し、環状ジェットと溶湯供給管の端面で囲まれた領域に循環渦流れが生成 することを述べており,本アトマイズノズルにおいても溶湯供給管の出口近傍に逆流を含 む渦流れが生成していると考えられる.



Fig.2-6 Pressure distribution in gas jet cone region (pressure probe II measurement)

2.3.3 溶湯アトマイズの挙動~VTR撮影・観察

Table2-1 の③に諸元を示すアトマイズノズルを用いて溶湯のアトマイズを実施し、側方 からアトマイズ現象を撮影したビデオ画像の例を Fig.2-7(1) に示す.溶湯は溶湯供給管の 出口からおおむね溶湯供給管の外周と幾何焦点を結ぶ逆円錐状の領域に広がって赤色を呈 し、幾何焦点付近から下方では暗赤色となることが観察された.ビデオ画面を一コマずつ 送って溶湯の動きを観察した結果から、溶湯供給管出口から流出した溶湯は溶湯供給管出 口の水平端面上を溶湯供給管端部に向かって移動し、上記の逆円錐状領域に広がったのち、 幾何焦点付近で微細に分裂して、ほぼ垂直下向きに流れることが分かった.

溶湯供給管の突き出し長を小さくして溶湯供給管出口が周囲圧力とほぼ同じかあるいは 正圧を示して吹き上げが発生する場合には,溶湯流が溶湯供給管端部へ比較的多く流れ, 吹き上げられた溶湯滴がまず溶湯供給管外周部に付着して凝固し,さらに新たな溶湯滴が 付着,凝固を繰り返して溶湯供給管の中心部へ向かって凝固した合金材料が成長しやがて ノズル閉塞に至ることが観察された(Fig.2-7(2), Fig.2-7(3)).これは幾何焦点近傍から 上方へ逆流するガス流れによって,溶湯滴が溶湯供給管端部においてガスジェットの間隙 から溶湯供給管の外周面へ押し上げられることが原因と推定される. 以上のことから,溶湯供給管出口の圧力は,溶湯滴の吹き上げならびに溶湯供給管外周 部への溶湯付着を促すような,幾何焦点近傍から生じる上向きの逆流ガスと強い関連性を 有しており,アトマイズ操作の安定性と緊密に関連していると考えられる.すなわち Fig.2-7(4)の模式図に示すように溶湯供給管出口の負圧が小さい(圧力が高い)場合は,逆 流ガスが強く生成し,溶湯供給管出口の端面を水平に移動する溶湯が多く,溶湯滴が溶湯 供給管の外周部に付着・成長してノズル閉塞が発生するが,Fig.2-7(5)の模式図に示すよ うな溶湯供給管出口の負圧が大きい(圧力が低い)場合は,逆流ガスの生成は微弱なため 溶湯滴の吹き上げは生じないと考えられる.加えて溶湯供給管出口の圧力は溶湯供給管内 を流下する溶湯流量に影響を及ぼす.したがって溶湯供給管出口の圧力に与えるアトマイ ズノズルの諸元の影響を明らかにして溶湯の安定アトマイズ条件を検討することとした.



Fig.2-7(1) Photograph of molten metal atomization taken using high-speed VTR of 0.1ms duration.





- 27 -

Atomizing Nozzle

Gas nozzles

-Molten metal (moving horizontally on the tube tip wall)

Toroidal vortex

2.4 溶湯供給管出口の圧力特性

前節での検討結果から,アトマイズ操作の安定性を溶湯供給管出口の圧力の挙動から推 定できることが分かり工業的に有効な判定方法になると期待される.本節では溶湯供給管 出口の圧力特性とアトマイズノズル諸元との関係を検討した.

2.4.1 溶湯供給管出口の圧力に対する突き出し長の影響

溶湯供給管出口の圧力にはアトマイズノズルの諸元ならびにガス噴射条件のさまざまな 因子が影響を及ぼすと考えられるが, 溶湯供給管が噴射ガス流路内に存在することによる 噴射ガス流れへの影響の程度が溶湯供給管出口の圧力を決定していると考えられる.した がって溶湯供給管の突き出し長を変化させるとともに、噴射角度の異なるアトマイズノズ ルを用いて溶湯供給管出口の圧力を測定し、溶湯供給管近傍のガス流れの特性を検討した.

Table2-1の①-2に諸元を示すアトマイズノズルを用い、外径 11.5mmの圧力プローブ Iの 突き出し長 Lm を変化させ,噴射圧力 1.1MPa, 3.0MPa において,溶湯供給管出口の圧力 の大気圧に対する差 Pm を求めた結果を Fig.2-8 に示す. Pm は圧力プローブ Iの Lm が小さ い状態では正の値であるが、Lmを増すに従って正から負に転じる.この間、Lmの増加 と Pmの減少がほぼ比例する、すなわち圧力勾配が一定となる領域がある. さらに Lm を 増すと Pm が多少回復して一定値となる場合あるいは Lm の増加に従って Pm が増減を繰り 返したあと一定値となる場合がある.このような Pmの変化挙動は噴射圧力によらず同様 であるが、Fig.2-8に示すように噴射圧力が高いほど、正圧および負圧の極大値ならびに 圧力勾配は大きい、また Pm が正から負に転じる Lm の値は噴射圧力が高いほど小さくな る結果が得られた.



Fig.2-8 Effect of melt delivery tube protrusion on the melt orifice pressure.

2.4.2 溶湯供給管出口の圧力に対する噴射角度の影響 噴射角度 α が大きいほど噴射孔と溶湯流との距離が減じるため、高流速のガスを溶湯に 吹き付けて微細に粉砕できると考えられるが,いっぽう噴射ガスジェットの衝突により生 じる逆流ガスによる溶湯吹き上げの発生を考慮する必要がある.

Table2-1の①-1~①-7に示すαが 20°から 120°までのアトマイズノズルを用い,外径 11.5mmの圧力プローブIのLmを変化させて Fig.2-8 に示した場合と同様に Pmの変化を噴 射圧力 1.1MPa, 3.0MPaにて測定した. αが 20°から 120°のすべてのアトマイズノズルに ついて Pm が負となる Lm が存在し、また Lm の増加と Pm の減少がほぼ比例する領域が存 在した. 圧力勾配 Δ Pm/Δ Z と噴射角度 α/2 の正弦との関係を求めた結果を Fig.2-9 に示 す. ここで sin(α/2)との関係をみたのは、2.4.3(1)項に後述するようにガスジェットに対 する溶湯供給管の干渉の程度すなわち直進すると仮定したガスジェットの流路断面に占め る溶湯供給管側面の投影面積の割合とsin(α/2)とが比例すると見なすことができるため である. $\Delta Pm/\Delta Z$ は噴射角度が増して sin($\alpha/2$)が増すほど大きくなるが α が 50°~65 より大きいと飽和する傾向が認められた.また、αが100°と120°の場合には、圧力プロ -ブIの周囲からガスが上方に吹き上がる現象が観察された.



Fig.2-9 Pressure gradient Δ Pm/ Δ Z versus atomization nozzle apex angle.

前記の現象に関して溶湯供給管周囲のガス流れ特性を調べるため、供試ノズルの上部を 円板を用いて気密に保ち、圧力が 1.1~ 3.0MPaの Ar ガスを噴射して、溶湯供給管とガス 噴射治具との環状間隙の圧力の大気圧に対する差 PAを測定した. その結果を Fig.2-10 に 示す. αが約50°より大きい場合, PAは噴射圧力によらず正の値を示しており, 噴射ガ

スは斜め下向きに流れて溶湯供給管の出口近傍に負圧域を生成すると同時に,一部は溶湯 供給管に沿って上方に吹き上げ, P Aが正になる. すなわち噴射角度が約 50° より大きい と噴射ガスの一部が溶湯供給管端部から外周表面を上方に吹き上がり,噴射ガスの一部が 溶湯アトマイズに有効に使われない傾向のあることが分かった.



の噴射口から外径 dn を保ったまま溶湯供給管近傍まで直進すると近似する. このガスジ エットの溶湯供給管軸方向すなわち鉛直方向の断面は短径 dn/2, 長径 dn/2 / sin(α/2)の 楕円と近似して面積 Soは (2-6)式で与えられる. この楕円上への溶湯供給管の投影面積が 溶湯供給管の突き出し長の増分ΔZによって変化する値ΔSは, 楕円の中心に溶湯供給 管端部が一致する位置を中心とする区間では, 横を楕円の短径 dn/2, 縦をΔZとする矩 形として (2-7)式で示される. (2-6), (2-7)式から溶湯供給管による干渉面積の突き出し長 に対する勾配は (2-8)式で表される.

S = π (dn/2) {(dn/2) / sin(α /2)} = π (dn/2) ² / sin(α /2)

 $\Delta S = d_n \cdot \Delta Z$

 $(\Delta S/S \circ) / \Delta Z = 2 \cdot \sin(\alpha / 2) / (\pi \cdot d_n)$



Fig.2-10 Effect of apex angle and gas pressure on the annular space pressure of the atomization nozzle.

2.4.3 溶湯供給管出口の負圧生成機構

溶湯供給管出口の圧力はアトマイズノズルの安定運転に大きく影響を及ぼすことを 2.3 節に述べ、これを決定する各種因子の影響を 2.4.1、 2.4.2 の両項で検討したが、溶湯供給 管出口の圧力に対してアトマイズノズルの諸元と運転条件が影響を与える機構は、アトマ イズノズルの設計に必要な基礎的知見である.本項では溶湯供給管出口の圧力が決定され る機構について考察する.

(1) 溶湯供給管出口の負圧生成に関するモデル計算

溶湯供給管出口に負圧が生成されるのは,溶湯供給管の端部が噴射ガス流れに干渉する ような位置関係にある場合であり,ガスジェットが溶湯供給管の端部を回避して流れるの で,溶湯供給管の影響を受けない場所を流れるガス流れに比べて流速が増加して溶湯供給 管出口の圧力が低下するためと考えられる.溶湯供給管の突き出しによる流速の増加と圧 力低下の関係を検討するため,噴射ガスジェットが溶湯供給管によって受ける干渉割合を 求める.

Fig.2-5 に示したガス流れの形態から, Fig.2-11 に示すように噴射ガスジェットは直径 dn

Fig.2-11 Geometrical illustration of the melt delivery tube and gas jets.

溶湯供給管を回避するように噴射ガスが流れて加速されると仮定すれば、上記の干渉面 積の増加に応じて噴射ガスの流速が増加し、溶湯供給管出口の圧力が低下することとなる. (2-8) 式によれば干渉面積割合の溶湯供給管突き出し長に対する勾配(Δ S/So)/Δ Z は噴 射孔径と噴射角度によって決定される.ここでは噴射孔径 dn は同一にして噴射角度を変 えてアトマイズノズルの溶湯供給管出口に生成する負圧の特性を検討した. Fig.2-12 に溶湯供給管の突き出し長に対する干渉面積割合の変化率(Δ S/So)/Δ Z と

溶湯供給管出口圧力の溶湯供給管突き出し長に対する変化率(圧力勾配) Δ Pm/ Δ Z との

(2-6)

(2-7)

(2-8)

 $L = \frac{dn/2}{\cos(\pi/2 - \alpha/2)} = \frac{dn}{2\sin(\alpha/2)}$

 $\frac{dn}{2} \cdot \frac{dn}{2\sin \alpha/2}$ $\Delta S = dn \cdot \Delta Z$

 $\Delta S/So = 2sin(\alpha/2)$ $\Lambda 7$ 7. · dn

関係を示す.この結果から噴射圧力が 3.0MPaの場合,ΔPm/ΔZは(ΔS/So)/ΔZの ほぼ2乗に比例して変化しており、ガス流速が(Δ S/S o)に比例して増加すると仮定すれ ば圧力が流速の平方に比例して変化するベルヌイの定理に従う現象と見なすことができる. また、噴射圧力が 1.1MPa の場合の測定結果はバラツキが多いものの、おおむね前記と同 様に $\Delta P_m / \Delta Z$ が($\Delta S/S_0$)/ ΔZ の2乗に比例すると見なせる. これらのことから溶 湯供給管出口には、溶湯供給管の影響が無い場合にガスジェットが合流・衝突することに よって正圧域が生成するが, 溶湯供給管の突き出しに伴ってガス流れの加速による圧力降 下の効果によって負圧域が形成されると考えられる.



Fig.2-12 Δ (S/S₀) / Δ Z versus Δ Pm/ Δ Z for various apex angle atomization nozzle.

(2) 溶湯供給管出口の圧力に関する影響因子

前項(1)に記した検討結果から、溶湯供給管出口での負圧生成は溶湯供給管端部の局所 的なガス流れで決まると考えられる.アトマイズノズルの設計において溶湯供給管の外径 ならびに溶湯供給管とアトマイズノズル間の間隙の有無は重要な要素であるため、これら の因子を変化させた実験によって圧力勾配の変化を検討した

(2-1) 溶湯供給管外径の影響

溶湯供給管出口圧力の変化挙動が溶湯供給管の外径によって受ける影響について検討し た.外径の異なる圧力測定プローブ Iを微動装置に固定して Pm と Lm との関係を求めた結 果を Fig.2-13 に示す. プローブ外径が大きいほど,突き出し長が小さい段階で負圧が生成 するが、プローブ突き出し長に対する圧力の変化すなわち圧力勾配 Δ Pm/ Δ Z はプローブ

外径によらずほぼ一定であることが分かった.これにより,溶湯供給管出口に負圧が生成 することは、プローブの突き出しによる溶湯供給管近傍の局所的なガス流れの変化を反映 する現象と考えられる.

(2-2)アトマイズノズルと溶湯供給管の間隙部の気密化の影響 前述の溶湯供給管出口圧力の変化挙動に関して,アトマイズノズルと溶湯供給管の間隙 部を気密化することの影響を明らかにするため,圧力測定プローブ I にシール材を介して 密着させた円板状治具をアトマイズノズルに気密に取り付け、ガス流通の無い状態におい て Pm と Lm との関係を求めた結果も Fig.2-13 に示す. 圧力勾配△ Pm/△ Zは, アトマイズ ノズルと溶湯供給管との間隙が気密状態でも開放状態でもほぼ同様の値を示している.な お密閉状態において同じLmにおいても Pm が負側へシフトするのは、溶湯供給管とアトマ イズノズルとの環状間隙部が開放状態に比べてより負圧になるためと考えられる.



Fig.2-13 Effect of pressure probe diameter and clearance between melt delivery tube and atomizing nozzle on $\Delta Pm / \Delta Z$. (airtight: the clearance is hermetically sealed)

圧力勾配 Δ Pm/Δ Z が両者でほぼ同じであることから溶湯供給管出口近傍のガス流れは 密閉状態と開放状態とで変化が無く,溶湯供給管の突き出しに伴って溶湯供給管の出口近 傍で負圧域を生成する挙動は主として溶湯供給管端部のガス流れのみによって決定されて いることが分かる.

これらの実験結果から,溶湯供給管出口の圧力変化挙動は溶湯供給管端部での局所的な ガス流れのみに関係することが分かり,前項2.4.3(1)に記したモデル解析結果と合致する.

2.5 アトマイズノズルの噴射ガス流速分布の特性

コンファインド型アトマイズノズルの諸元と生成するガス流れの流速との関係について 実験的に検討した.

2.5.1 B型(標準型)アトマイズノズルにおけるガス流速分布の特性

(1) ノズル中心ガス流速の垂直方向変化

2.3.3 項 に述べたとおり, 溶湯流の噴霧は幾何焦点近傍で起こることが観察された. そ こでアトマイズノズル下方の垂直方向におけるガス流速の変化を明らかにしてアトマイズ ノズルから噴射されるガスジェットの水平面内の代表的流速分布を測定すべき垂直方向の 位置を検討した.

溶湯アトマイズに標準的に使用されるアトマイズノズルとして, Table2-1の①-2に諸元 を示すアトマイズノズルを選び、圧力 1.1MPaの Arガスを噴射し、アトマイズノズルの中 心軸上を垂直方向にピトー管プローブを動かして,垂直方向の位置と流速との関係を求め た. このとき、あらかじめ求めた溶湯供給管位置と出口圧力との測定結果に従って、 Pm が約-10kPaとなる位置(Lm=15mm)に溶湯供給管を固定した.

Fig.2-14 に測定結果を示すとおり、幾何焦点の近傍で上下方向にガス流速の変化が少な く、ガス流速が垂直方向にほとんど減衰しない領域のあることが判明した. 超音波アトマ イズノズルから He ガスを噴射して多数のガスジェットが合流した流れについて流速測定 した J.Liu らの実験 においても同様の結果が得られている58). また児島ら13) による2 個の不足膨張噴流の干渉流れに関する研究結果によれば、衝突角度が小さい場合(45°), 合成された噴流には時間的変動の少ない噴流境界層が比較的下流側まで強く形成され振動 や拡散の挙動は単一噴流と類似していることが分かっており、本研究で用いたアトマイズ ノズルのように多数のガスジェットが合流した流れにおいても、類似した挙動を示す噴流 が生成していると考えられる.

以上のことから,アトマイズノズルから噴出した多数のガスジェットは合流して幾何焦 点の多少上流で到達した最大値を保って下方へ流れることが分かったため、アトマイズ粉 末の粒度に強く影響すると考えられるガス流速分布は幾何焦点を通る水平面内での測定値 を代表値とした。

(2) ガス流速の水平方向分布に与える溶湯供給管突き出し長の影響

供試アトマイズノズルは溶湯供給管の突き出し長によって溶湯供給管出口の圧力が変化 するので、適正な負圧値となるように突き出し長を調整して溶湯アトマイズに供する.こ のとき溶湯供給管の突き出し長によって幾何焦点周りのガス流速分布が変化する挙動を把 握することは微粉末の生成に適したアトマイズノズルの設計に必要であり、ガス流れを明 らかにするための基礎的知見としても重要である.

Table2-1の①-2, ①-3, ①-4, ①-5, ③に諸元を示すアトマイズノズルから, 圧力 1.1 MPaのArガスを噴射し、アトマイズノズルの幾何焦点を通る水平直線上をピトー管プロ -ブを動かして,幾何焦点周りの流速分布を求めた.このとき,Pmが溶湯の吹き上げを 発生させない限界の値である約-3kPaを示す溶湯供給管の突き出し長の場合、ならびに Pm がLmに対してほぼ飽和する突き出し長の場合の両者について測定した.



Fig.2-14 Gas velocity distribution as measured along vertical center line of the atomization nozzle (typeB $\alpha = 40^{\circ}$).

(2-1) 噴射角度が比較的小さい場合

まず, 噴射角度が比較的小さい α =40°のアトマイズノズルを用いて, 1.1MPa で Ar ガス を噴射し、Lm=11 mm(このとき Pm=-3kPa)の場合,ならびに Pm が Lm に対してほぼ飽和す る Lm=15mm の場合 (このとき Pm=-10kPa) について幾何焦点を通る水平な直線上の各点にお けるガス流速を測定した.測定結果を Fig.2-15-(1) に示すとおり、幾何焦点周りのガス流速 分布は溶湯供給管の突き出し長によってほとんど影響を受けず、Lm=11mmとLm=15mmの 両者でガス流速はほぼ同じ値を示した.

同様の結果が、Fig.2-15-(2),(3)に示すとおり噴射角度 aが 30°、 50°のアトマイズノズル についても得られた.







Fig.2-15-(1) Gas velocity distribution as measured along a horizontal line through the geometrical focus (typeB $\alpha = 40^{\circ}$).



Fig.2-15-(2) Gas velocity distribution as measured along a horizontal line through the geometrical focus (typeB $\alpha = 30^{\circ}$).



Fig.2-15-(3) Gas velocity distribution as measured along a horizontal line through the geometrical focus (typeB $\alpha = 50^{\circ}$).

(2-2)噴射角度が比較的大きい場合

噴射角度を増すほど,噴射孔から幾何焦点までの距離が減じるためガスジェットの流速 減衰が少なく、より高流速のガス流れを溶湯に衝突させ微粉末を生成できる可能性がある. 噴射角度が比較的大きいα=65 のアトマイズノズルを用いて、1.1MPaでArガスを噴射 し, 溶湯供給管出口で十分大きな負圧を生じる Lm=10mm (このとき Pm=-13kPa)の場合につ いて,幾何焦点を通る水平な直線上の各点におけるガス流速を測定した. Fig.2-16 に示す とおり幾何焦点周りのガス流速は,前記した噴射角度が比較的小さい場合に比べて,とく に中央部で著しく低流速となり双峰状となった.

同様に噴射角度α=90のアトマイズノズルについても、溶湯供給管出口で十分大きな 負圧を生じる Lm=7mm (このとき Pm=-15kPa)の場合について、幾何焦点周りのガス流速を 測定したところ,前記のα=65 の場合と同様に著しく低流速となることが分かった.そ こでLmの影響を調べるため、α=65のアトマイズノズルについてLmを減じ溶湯供給管 のガス流れへの干渉が少なくなる Lm=6mm の場合 (このとき Pm=-0.5kPa) について幾何焦 点周りのガス流速を測定した結果を Fig.2-17 に示す. Lmを減じると高流速化するとともに 流速分布は単峰状に近くなり、中心軸での流速はα=50 の場合よりも大きくなった. さ らにα=90 の場合もLmを減じると噴射ガスはα=65 の場合と同様に高流速化した.こ のことから, 噴射角度が高い場合にも噴射されたガスジェットは幾何焦点近傍で合流して 垂直方向に高流速を有するガス流れを生成するが、噴射角度が低い場合に比べて溶湯供給 管の影響を強く受け溶湯供給管の突き出し長が増すと急速に減速することが分かった.



Fig.2-16 Comparison of gas velocity distribution along a horizontal line with different apex angle values.



Fig.2-17 Comparison of gas velocity distribution along a horizontal line with different apex angle values in case of retracted melt delivery tube position.

これらのことから、検討した形式のアトマイズノズルにおいて、溶湯供給管出口圧力が +分な負圧を示し,かつ幾何焦点周りに高流速のガス流れを生成する噴射角度の上限界は a ≒ 50°であることが分かった.

(2-3)溶湯供給管出口圧力の勾配と流速減衰との関係 噴射角度が溶湯供給管の出口近傍のガス流れに与える影響について、Fig.2-18に示すよ うに、圧力勾配(Δ Pm/Δ Z)の変化挙動とガス流速減衰挙動に関連が認められる.ここで Vglは Pm が約-3kPa となる位置に溶湯供給管を配置した場合の、Vg2 は Lm に対する Pm の変化が少なく十分な負圧を示す場合の幾何焦点のガス流速である.

噴射角度 α に対して(Δ Pm/ Δ Z)が飽和する傾向を示す α の範囲では,幾何焦点周りの ガス流速は溶湯供給管の突き出し長に大きく影響を受け,吹き上げを発生させない条件で は高流速の噴射ガスは得られない.

これに対して、(Δ Pm/Δ Z)がαに比例して増加する範囲では、幾何焦点周りのガス流 速は、溶湯供給管の突き出し長によらずほぼ同様な値を示し、結果としてα=50の場合 に最も高流速を得た.

噴射角 α が 50°~65°より大きい場合, Fig.2-5(b),(c)に示すシュリーレン写真では明確 に写っていないが、ガス流線が溶湯供給管の端部近傍で滑らかに曲がらず、2.4.2項に記 したとおり噴射ガス流の一部が溶湯供給管に沿って吹き上げる.これが上記の高噴射角度 域におけるガス流速減衰の一因と考えられ,端部が直角な溶湯供給管を用いる場合,噴射 角度の上限は約50 と考えられる.



Fig.2-18 Experimental relation between Δ Pm/ Δ Z, Vg1/Vg2 and apex angle.

(3) 噴射圧力の効果

児島ら⁵⁾は直円管から噴出する高速気流について出口近傍の噴流挙動の研究から、ガス 流れは急膨張のため出口直前から加速しマッハ1~2の超音速噴流が生成すること、その 流れは一種の不足膨張噴流であり擬似衝撃波が発生することを明らかにしている.本研究 で用いた直管の噴射孔を具備した供試ノズルから噴出するガス噴流についても擬似衝撃波 が観察されており超音速噴流が生成しているため、高圧噴射による流速の増減を調べた.

噴射角度αは20°とし、ガス噴射流量が同一となるように噴射孔径の異なるアトマイ ズノズルを用いて噴射圧力と幾何焦点周りの流速分布との関係を求めた結果を Fig.2-19 に 示す.ガス流量がほぼ同一の場合に噴射圧力を増大させても幾何焦点周りの流速値ならび に流速分布にほとんど変化は認められなかった。

児島ら^{5.6)}が直円管からの不足膨張噴流について得ている,擬似衝撃波の長さ XLを噴 射孔内径 d で除した値(XL/d)は出口の平均マッハ数 Maの増大に伴ってわずかに増すこと、 擬似衝撃波の終了点でのマッハ数は約1.1であることを本実験結果について適用できると すれば,小径噴射孔からの高圧噴射と大径噴射孔からの低圧噴射の両者で擬似衝撃波が発 生しているコアー部の長さがほぼ同じになることにより, Fig.2-19の実験条件では合流し た噴流の流速がほぼ同じになったと考えられる.

2.5.2 C型(近接型)アトマイズノズルにおけるガス流速分布の特性 粉末製造コスト低減の観点から、より少量のガスで微粉末を生成することが求められる. 本研究で用いた形式のアトマイズノズルで噴射ガスを高圧化するだけでは高流速ガス流れ が生成しないことは 2.5.1(3) 項に述べたとおりである. ガスジェットの流速は噴射孔から の距離に従って減衰することは避けられないため、高流速のガスジェットを溶湯流に衝突 させる手段として近接噴射すなわち噴射孔を溶湯供給管に近接させて配置したアトマイズ ノズルにより幾何焦点周りのガス流れを高速化することについて検討した.

アトマイズノズルから噴射されるガスの流動特性を検討するため、溶湯供給管の外径な らびに噴射角度が同一で、ガス噴射孔を配置した円の径 Dn を減少させた typeC のアトマ イズノズル(Table2-1の④-1)を用いてガス流速を測定した.

(1) ノズル中心ガス流速の垂直方向変化

上記の供試アトマイズノズルに 1.1MPaの Ar ガスを供給して噴射し, 2.5.1(1)項 と同様 にして垂直方向の位置と流速との関係を求めた結果を Fig.2-20 に示す. このときあらかじ め測定した実験結果を用いて、大気圧に対する溶湯供給管出口圧力が約-20kPaとなる位置 に溶湯供給管を固定した.測定結果から、幾何焦点の近傍において上下方向でガス流速の 変化は比較的小さく, 2.5.1項 に記した B型アトマイズノズルと同様に垂直下向きガス流 速の水平方向分布は幾何焦点を通る水平面内で測定することで代表性があると見なした.







Fig.2-20 Gas velocity distribution as measured along vertical center line of the atomization nozzle (typeC $\alpha = 30^{\circ}$).

(2) ガス流速の水平方向分布に与える溶湯供給管突き出し長の影響

上記(1)と同一条件でガス噴射し、溶湯供給管と同一寸法の圧力プローブを微動装置に 設置して、Lmを変化させて Pmを測定した. Fig.2-21 に測定結果を示すとおり噴射孔の溶 湯供給管への近接により圧力勾配 △ Pm/ △ Z が著しく増大するため、溶湯のアトマイズに おいては溶湯供給管を所定の位置に厳密に設定することが求められる.



Fig.2-21 Melt orifice pressure results for typeC atomization nozzle ($\alpha = 30^{\circ}$).

つぎに、溶湯供給管のガス流れへの干渉が少ないLm=0mmの場合(このとき Pm=-5kPa)、 ならびに Pm が Lm に対して飽和し約 -20kPa を示す Lm=3mm の場合について幾何焦点を通る 水平な直線に沿ってガス流速分布を測定した.結果を Fig.2-22 に示すとおり,幾何焦点周 りのガス流速分布は溶湯供給管の突き出し長にはほとんど影響を受けないことが分かった.

また, Fig.2-15 に示した標準型アトマイズノズルにおける流速分布と比べれば, 噴射孔 を溶湯供給管に近接させることにより幾何焦点周りのガスを高流速化できることが明らか である.これは単孔ノズルから噴出するガスジェットの流動特性を検討した児島らの研究 結果^{5,8)}に照らして考察すれば, Fig.2-22に示す流速分布はアトマイズノズルから噴射さ れるガスジェットがコアー状態を保って合流しているのに対し, Fig.2-15-(2)に typeB (α= 30°)のアトマイズノズルについて示す流速分布は噴射ガスがすでに周囲気体を取り込ん で低流速化したものが合流した結果と見なすことができる.本実験に用いた typeC (α = 30°)のアトマイズノズルでは噴射孔と幾何焦点間の距離 Lg が 25.1mm であるのに対して, typeB (α =30°) では Lg=42.5mm である. 高流速ガス流れを生成するには噴射孔と溶湯供 給管の近接化が必要である.



Fig.2-22 Comparison of gas velocity distribution along a horizontal line with different nozzle configuration.

(3) テーパー型噴射孔による高流速化の検討

高流速ガス流れを生成するため, 噴射孔の近接配置に加えて, 末広がりの噴射孔を具備 したアトマイズノズルについて検討した. 圧縮性流体の超音速流れ生成には, 流路途中に スロートを持つ先細末広ノズル (convergent-divergent nozzle あるいは Laval nozzle と呼ばれ る)が用いられる.本研究で用いた Fig.2-1 に示したアトマイズノズルでは直円管からガ スを噴出させると出口の絞り効果によって超音速流れが生成することが分かっているが, 末広がりの噴射孔を具備することによる高流速化を検討した.

(3-1)供試アトマイズノズル

2.2.1 項 に述べたアトマイズノズルと同一の寸法で、噴射孔が断面積変化の無い直円管 に替わり、断面は円形でその面積が出口に向かってテーパー状に増加する末広がりの流路 (上流側,下流側の直径がそれぞれ 1.2mm と 1.6mm でテーパ区間が 3mm)としたガス噴射 孔を具備したアトマイズノズル(Table2-1の④-2)を用いてガス流動特性を検討した.

(3-2) 垂直方向の流速分布

上記の供試アトマイズノズルから 1.1MPaの Ar ガスを噴射して, 2.5.1(1)項 と同様にし て垂直方向の位置と流速との関係を求めた.このとき、あらかじめ測定した溶湯供給管出 口圧力が大気圧に対して-22kPaとなる位置に溶湯供給管を固定した. Fig.2-23 に測定結果 を示すとおり、幾何焦点の近傍で上下方向ではガス流速の変化が少なく、2.5.2(1)項に記 したアトマイズノズルの場合と同様に, 垂直下向きガス流速の水平方向分布は幾何焦点を 通る水平面内で測定することで代表性があるとした.







(3-3) ガス流速の水平方向分布に与える溶湯供給管突き出し長の影響

供試アトマイズノズルに圧力 1.1MPaの Ar ガスを供給して噴射し、 Pm が溶湯吹き上げ の限界の負圧値に近い約-4kPaを示すLm=0mmの場合,ならびに負圧が十分に大きな値 (Pm=-22kPa)を示すLm=3mmの場合について幾何焦点を中心とする水平面内の任意の直 線上の各点におけるガス流速を測定した.

Fig.2-24 に示すとおり幾何焦点周りのガス流速分布は、溶湯供給管の突き出し長を増す ことによって, 流速が減少するとともに, 軸対称な双峰状から凸形あるいは片方に偏った 分布となった. すなわち前項 2.5.2(2) に記した直円筒状の噴射孔の場合に比べて, 溶湯供 給管突き出しの影響を受けやすく, 溶湯供給管の突き出し長が少ない場合にガス流速の値 は辺縁部でわずかに増加するにすぎない. このようにアトマイズノズルの噴射孔を末広が り形状に形成することにより幾何焦点周りのガス流速分布は双峰状となって辺縁部で流速 値は多少増加するが、ガス流れは溶湯供給管の影響を受けやすく流速分布の偏りや流速低 下が認められた、したがって本アトマイズノズルの実用化にはさらに改良が必要であるこ とが分かった.



Fig.2-24 Gas velocity distribution as measured along a horizontal line through the geometrical focus (typeCL $\alpha = 30^{\circ}$ tapered gas nozzle).

2.6 結 言

- ガスアトマイズ法による微粉生成の効率化を目指して, 溶湯の吹き上げ現象の定量的把 握ならびに高流速のガスジェットが合流したガス流れの特性の検討を行い、ノズル設計に 必要となる基本的なガス流れの挙動を調べた.得られた主な結果は次のとおりである. 1. 独立した円孔から噴射したガスジェットを逆円錐状に形成し溶湯供給管をガス流れに突 き出した供試アトマイズノズルでは,噴射ガスジェットは幾何焦点近傍で合流して垂直 下向きに流れ, 溶湯供給管の出口近傍に負圧域を生成する. 合流した噴射ガスジェット は幾何焦点から下方約 50mm 以上の区間で著しい流速減衰は認められなかった.また, 噴射ガスの一部は幾何焦点近傍から逆流したのちガスジェットに巻き込まれる渦流れを 形成すると推定できる. 溶湯供給管の突き出し長を減じると渦流れが大きくなり, 逆流 ガス流れが強くなるため管端の圧力が高くなると考えられる.
- 2. 溶湯供給管から流出した溶湯は, 溶湯供給管の下方に形成されたガス渦流れの影響を受 けて, 溶湯供給管の端面上を水平方向に移動して逆円錐状領域に広がったのち, 幾何焦 点近傍で粉化されることが分かった.このとき溶湯供給管の突き出し長が少なく逆流ガ ス流れが強いと、 溶湯流から分裂した溶湯滴が溶湯供給管の外周部に付着して成長し, ノズル閉塞を発生させた.

- 3. 溶湯供給管出口での負圧生成は溶湯供給管を回避するガス流れの加速で説明され、ガス ・ 噴射条件ならびにガス噴射孔と溶湯供給管の位置関係等で決定される溶湯供給管の端部 近傍の局所的なガス流れの条件で規定され,溶湯供給管の径あるいはアトマイズノズル 上部の気密/開放状態には影響されない.
- 4. 噴射角度αが 50° より小さいアトマイズノズルでは溶湯供給管の突き出し長を増して も幾何焦点周りの噴射ガス流速の減少は大きくなかった.これに対してαが65 より 大きい場合は溶湯供給管の突き出し長を増すと幾何焦点周りの噴射ガス流速は著しく減 少し, 溶湯供給管出口に適正な負圧を生成させて吹き上げを発生しない突き出し長にお いては低流速となった.このとき溶湯供給管外周を吹き上がるガス流れも観察され、噴 射ガスの一部はアトマイズに有効に使われない傾向を示すことが分かった.
- 5. 噴射ガス流量が同一の場合,噴射ガス圧力を高くしても幾何焦点周りの流速はほぼ同じ であった.これは、超音速を保つガスジェットのコアー部長さはガスノズル径と噴射圧 力によって変化するが、本実験条件においてガス流量が同一となる条件ではコア-部長 さがほぼ同一になったためと考えられる.
- 6. アトマイズノズルの噴射孔を溶湯供給管に近づけることにより幾何焦点周りのガス流速 は大きく増加したが, 噴射孔を溶湯供給管に近づけるほど溶湯供給管突き出し長に対す る溶湯供給管出口圧力の変化が大きくなるため,適切な負圧を生成する溶湯供給管位置 の許容範囲は限定される.
- 7. アトマイズノズルの噴射孔を末広がり状にすることにより、幾何焦点周りの流速は双峰 状となって辺縁部で多少増加したが、ガス流れは溶湯供給管の影響を受けやすく、流速 分布の偏りと流速低下を生じた.

第3章 アトマイズ粉末の粒度に 影響する諸因子

第3章 アトマイズ粉末の粒度に影響する諸因子

3.1 緒 言

粉末冶金法に用いる原料粉末には,焼結性およびカプセル内充填密度を向上させること による成形性の向上ならびに急冷凝固による偏析軽減などの観点から微細であることが求 められる. さらに第4章に述べるとおり溶湯を急冷して表面汚染の少ない粉末を生成する ために、また通常の高さの工場建屋に設置できるアトマイズタンク内で溶湯粒子の冷却・ 凝固を完了させるためにも粒子径が微細であることが求められる.また, 噴霧媒のコスト 低減のためには溶湯をアトマイズするガスの圧力、流量の抑制も必要である.

1.2.3 項に述べたようにガスジェットを吹き付けることによって流体を微粒化する方法 については工業炉やエンジンなどでの燃料噴霧装置あるいは農薬散布用のノズルに関して 多数の研究が行われ、生成液滴粒度と噴霧条件との関係59)ならびに液滴径、粒子速度の空 間分布³⁰⁾あるいは噴射気流の乱れの影響^{60, 81)}について研究されているが、生成する液滴 径はアトマイズノズルの形式によって異なることが指摘されており、また液滴の急冷とと もに物性値が急激に変化する溶融金属の噴霧とは分裂形態が異なることも考えられるため, 求められた結果をそのまま用いることはできない. 例えば内部混合形の噴射弁に関する抜 山ら²⁹⁾あるいはフラッシュ形噴射弁に関する Kim ら⁵⁹⁾の実験式を用いて金属のアトマ イズ粉末の粒度を算出すると、いずれも実験値の数分の一程度になり差異が大きい.

また,金属のアトマイズ粉末粒度に関する実験式あるいはモデル計算式がいくつか提案 されており、金属粉末の粒度については物性値が異なる多種類の金属・合金を統一的に扱 える Lubanska の式³⁶⁾に言及する例が多いが、ガス流量が大きいと粒度に対するガス/溶 湯比の影響を適切に表さないといわれている³⁸⁾.また、溶湯流が噴射ガスの衝突によって 変形・分裂し生成粉末の粒度が決定されることから、ガス流速が粒度に与える影響の正確 な把握が求められるが、Lubanska³⁸⁾は噴霧ガスの流速について、音速で放出されるガス ジェットの流速減衰データを用いて、供試アトマイズノズルの幾何焦点における流速を算 出しており、個々のアトマイズノズルが生成するガス流れ場の特性を反映できていない.

このようにガスアトマイズ粉末の粒度に与えるガス噴流の流速分布の影響について、従 来の研究では十分明らかにはされていない.このため、著者は第2章においてアトマイズ ノズルが生成するガス流れの特性を検討し、ガスのみを噴射した条件において幾何焦点周 りのガス流速分布に及ぼすアトマイズノズルの諸元すなわち噴射孔と溶湯供給管との距離, 噴射角度などの影響を明らかにした.本章では、溶湯流に噴射するガスの平均流速と平均 粒度,流速分布と粒度分布の関係を中心に,アトマイズ条件と粉末粒度との関係について 検討する.

3.2 実験装置および実験方法

3.2.1 アトマイズ粉末の試作装置

アトマイズ粉末の試作装置の概略を Fig.3-1 に示す. 溶湯の調製は溶湯供給管とストッ

パを備えたるつぼ内の原料合金をタンマン炉で加熱・溶解する方式、あるいは原料合金を 誘導溶解して溶湯供給管とストッパーを備えたタンディシュに傾転注湯する方式の両装置 を用い、試料合金の溶解量に応じて使い分けた.アトマイズに用いる高圧ガスはArガス 集合容器から減圧弁を介して一定圧力のガスをアトマイズノズルに供給した. 溶湯のアト マイズに使用したガスはサイクロンで微粉末を分離して大気放出した。溶湯は Table3-1 に 主要成分を示す合金塊をAr雰囲気下で再溶解して調製し、約1300℃に保たれていること を確認してからストッパを抜いて溶湯供給管から流出させ、アトマイズ実験を行った、な お.本合金は急冷凝固による微細結晶の生成によって高磁束密度を得ようとするものであ り、液相線温度は約 1250 ℃であり高 Ni 合金に比べて約 100 ℃低い、溶湯流量は溶湯供給 管の内径と溶湯供給管出口の負圧の組み合わせで調節し、流出した溶湯量をアトマイズ時 間で除して溶湯の平均流量とした.

生成した粉末はサイクロンならびにアトマイズタンク底部から回収し、 粒度測定に供し た. また、アトマイズノズルを水平方向から観察する位置に観察窓を設けて、溶湯の噴霧 状態をビデオカメラにて撮影・観察した.



Fig.3-1 Experimental apparatus for gas atomization.

Tat	ole3-1 Ch	nemical o	composit	tion of	the melting stock.
Nd	В	Со	Al	Fe	(mass %)
13.0	3.8	3.4	0.8	bal.	

3.2.2 供試アトマイズノズル

供試アトマイズノズルの断面形状は Fig.2-1 に示したとおりであり,諸元を Table3-2 に示 す、本ノズルを用いたアトマイズでは2.3.3 項に記したとおり、溶湯がほとんど自由流下 しないためコンファインド型に類別される.また溶湯供給管の位置を調節することで、出 口部に生成する負圧を変化させて溶湯流量を変化させることができる。 負圧値はアトマイ ズノズルの諸元, 溶湯供給管の突き出し長, 噴射ガス圧力によって変化するため, 装置の 各部品を組立後に実験予定の圧力でガス噴射し所定の値であることを確認した。

Table3-2 Dimensions of atomizing nozzles used in this study.

 No.	type	α	Dn(mm)	Dc(mm)	dn(mm)	N	
1	С	30°	13	12	1.2	20	
2	В	30°	22	16	1.2	20	
3	С	40 °	13	12	1.2	20	
4	С	45 °	13	12	1.2	20	
5	CL	30 °	13	12	1.2*1.6	20	
6	С	30°	13	12	1.0	20	
7	С	30°	13	12	1.5	18	

アトマイズノズルの諸元が粉末粒度に与える影響を明らかにするため、次の諸点につい て実験的に検討した.

- (1) ガス噴射孔と幾何焦点の距離Lg:噴射角度 α と孔径が同一であり,噴射孔の配置円 径が異なるアトマイズノズルを用いて実験(② typeB-30°と① typeC-30°を比較).
- (2) 噴射角度α:噴射孔の孔径および配置円径は同一でαが異なるアトマイズノズルを用 いて実験(① typeC- $\alpha = 30°$ と③ $\alpha = 40°$ を比較).
- (3) ガス噴射孔の縦断面形状;通例の直管状噴射孔からガス噴射する場合と縦断面がテー パ形状のガス噴射孔から出口マッハ数の高いガス流れを噴射する場合について実験 (① typeC-30°と⑤ typeCL-30°を比較).
- (4) ガス噴射圧力の影響:ガス流量が同じで,噴射ガス圧力が異なる場合について実験 (typeC-30°⑥;dn=1.0,①dn=1.2,⑦dn=1.5を比較)
- (5) ガス流速分布の影響:幾何焦点周りのガス流速分布が凸形と凹形の場合について実験 ならびに粒度分布を計算(① typeC-30°と④ typeC-45°を比較)

3.2.3 粒度分布測定装置と測定方法

回収粉末の粒度分布はJISZ8801に規定されたふるいを用いて測定するとともに、微量 の界面活性剤を含む純水中に懸濁させた試料粉末についてレーザ回折/散乱法(マイクロ

トラックFRA型)によってメジアン径および粒度分布を測定した.両方法のメジアン径 測定結果は Fig.3-2 に示すように比較的よく一致したので、以下の検討にはレーザ回折/ 散乱法によって測定した値を用いた.



Fig.3-2 Correlation between sieving method and LDS method for median diameter of atomized powder.

3.3 アトマイズ粉末の粒度に影響を及ぼす因子 ガスアトマイズ法による粉末生成について、噴射ガスの運動エネルギーの一部が生成粒 子の表面エネルギーに変換されるとして関係式を導き、粒度に影響するガスの噴射条件な らびに溶湯の物性値などの因子を抽出するとともに、各因子の影響度を実験によって求め te.

3.3.1 溶湯流の粉化状態観察による粒度影響因子の推定 供試アトマイズノズルを用いて生成したガスアトマイズ粉末は球形であり、また高 Ni 合金粉末断面の凝固組織の解析から冷却速度は粒子径の-1.5乗に比例することが判明して いる⁽⁸²⁾.これは溶湯流がガス噴流の作用で分裂して粒度が決定されたのちに、溶融状態で 球形化し凝固することを示している.

また、2.3.3 項に記したとおり、溶湯は溶湯供給管出口近傍で溶湯供給管外縁と幾何焦 点付近を含む逆円錐領域に広がったのち,幾何焦点付近で粉化され,赤熱状態の粉末群は 幾何焦点付近から下方に少なくとも約 100mm の区間では直径が 20~30mm 程度の限定さ れた領域を流下することが観察された.

このとき、供試アトマイズノズルの幾何焦点から下方に約 50mm 以上の区間でガス流速

の減衰が少ないことを確かめているので,幾何焦点の流速を有するガス流れの作用によっ て粉末粒度が決定されると考えられる. すなわち、溶湯の粉化には幾何焦点周りのガス流 速が強く関連していると推定できる.

3.3.2 アトマイズ粉末粒度に関するモデル式

噴射ガスの運動エネルギーは、溶融粉末粒子の表面積の拡大およびアトマイズで生成し た粒子と周囲ガスの加速に費やされる. 噴射ガスの運動エネルギーの一部が粒子の表面エ ネルギーに変換されるとして (3-1) 式を導き,これを整理して (3-2) 式を得る.

 $(1/2) \cdot M_{g} \cdot V_{g}^{2} = k_{1} \cdot \pi \cdot d_{p}^{2} \cdot \sigma \cdot M_{l} / (\pi \cdot \rho \cdot d_{p}^{3} / 6)$ (3-1)

 $d_p/D_1=12/k_1\cdot(M_1/M_g)\cdot\{\sigma_1/(D_1\cdot\rho_1\cdot V_g^2)\}$ (3-2)

ここで dp: 平均粒子径 (m) D1:溶湯供給管の外径(m) Mi:溶湯質量流量(kg/s) Mg: ガス質量流量 (kg/s) ki:定数 Vg: ガス流速:(m/s) We:ウェーバ数 (Dr. p 1·Ve²)/ σ 1 ρ1:溶湯の密度 (kg/m³) σ1:溶湯の表面張力 (N/m)

(3-2)式から、粉末粒度に影響を及ぼす因子として溶湯とガスの流量比 M/Mg およびガス 運動量と表面張力の比 We(=Dr.ρ. rVg²/σι)が挙げられることが分かる.これに従来のア トマイズ粉末の粒度に関する実験式に含まれる動粘度比v」vg(vi,vgはそれぞれ溶 湯およびガスの動粘度(m²/s))を加えて、アトマイズ粉末の粒度には次の諸量が関連し ていると見なした.

 $d_p/D_l = fn_{,} [(M_l/M_g), ((D_l \cdot \rho \ l \cdot V_g^2)/\sigma l), (\nu \nu \nu g)]$ (3-3)

3.4 粉末粒度と溶湯アトマイズ条件の関係

3.3.2 項 で得たアトマイズ粉末の粒度モデル式および従来知見をもとにして、アトマイ ズ粉末の粒度に影響すると考えられるアトマイズ条件について実験的に検討した.

3.4.1 幾何焦点におけるガス流速

3.3.1 項に述べたとおり、アトマイズ粉末の粒度には幾何焦点のガス流速が強く関連し ていると推定できる.溶湯の噴霧にはアトマイズノズルから3~4MPaのガスを噴射した が、プローブ強度の制約からガス流速分布は1.1MPaでガス噴射して測定した.なおガス 流速の測定方法は2.2.3項に記したとおりである.噴射圧力が流速に及ぼす影響を調べる ため、アトマイズノズルに設けた噴射孔と同一寸法の単孔ノズルからガス噴射した場合の 流速を測定した結果を Fig.3-3 に示す. 噴射孔が直管の場合, 噴射圧力 Pg が約 1MPa より大 きいと噴射圧力の増大に対するガス流速 Vgの増加は比較的小さい.いっぽう噴射孔が

Table 3-2-⑤に示す上流側内径 1.2mm, 下流側内径 1.6mm, 末広がり部の長さ 3.0mm のテー パ管の場合, Pgの増大とともに Vgは上昇して約 2MPaより高圧の場合, Lg=15mm では直 管噴射孔より高流速に達した.またLg=25mmでもPgの増大とともにVgは増大したがPg>2 MPaでは直管噴射孔とほぼ同じ流速を示した.このように噴射孔がテーパ管の場合,噴射 圧力の増大に伴って流速も増大する挙動を示すが、3.4.3(3)項に後述するとおり Pg=1.1MPa において typeCL-30°のアトマイズノズルが生成する噴流の幾何焦点周りの平均流速 (Vm) は噴射孔が直管の場合(typeC-30°)とほぼ同じ値であったため、溶湯のアトマイズにおけ る噴射圧 Pg=3~4MPaの場合も、アトマイズノズルの Vmは噴射孔が直管とテーパ管の両 者で差異は小さいと推定した.



Fig.3-3 Effect of exit gas pressure on gas jet velocity.

3.4.2 メジアン径と溶湯/ガス流量比との関係

Table3-2-① に諸元を示すアトマイズノズルを用い、ガス噴射条件が一定のもとで、溶 湯供給管の突き出し長を調節して溶湯供給管出口の負圧値を変えることにより, 溶湯流量 (M)を変えて生成したアトマイズ粉末のメジアン径(d,50),ならびにMがほぼ同じ値 のまま噴射圧力を変えることによってガス流量(Mg)を変化させて生成したアトマイズ粉 末のメジアン径をそれぞれの Mr/Mg 値に対してプロットした結果を Fig.3-4 に示す.これら の実験値は同一の直線で相関されることから、溶湯流量およびガス流量がメジアン径に与 える影響は流量比 Mr/Mg で表すことができる. なお各実験条件における幾何焦点周りの平 均ガス流速 (Vm) はほぼ同じ値 (255m/s) であった.


Fig.3-4 Correlation between d p 50 and M1/Mg (typeC $\alpha = 30^{\circ}$ atomizer).

3.4.3 粉末の平均粒度とガス平均流速との関係

諸元の異なるアトマイズノズルを用いて粉末を生成し、生成粉末の粒度と平均流速 Vm との関係を検討した.

(1)ガス噴射孔と溶湯供給管との距離の影響

typeB-30°(Table3-2-②)と typeC-30°(Table3-2-①)のアトマイズノズルを用いて生成した粉 末のメジアン径と MI/Mgとの関係を Fig.3-5 に示す. 同図に示すように, 同じ MI/Mgにおい て typeC を用いるほうが微細粉末が生成した. これは typeC ではガス噴射孔と幾何焦点を 近接して配置したため Vm = 255m/s となり, typeB の場合の Vm=223m/s に比べて高流速であ ることが要因と考えられる.

(2) 噴射角度の影響

typeC-40°(Table3-2-③)のアトマイズノズルを用いて生成した粉末の粒度も Fig.3-5 に示す. 同じ MI/Mgに対して、α=30°の場合に比べてα=40°のアトマイズノズルを用いて生成した粉末のほうが微細である.α=40°のアトマイズノズルではガス噴射孔と幾何焦点がより近接しているため=278m/sとなり、typeC-30°の Vm=255m/sに比べて高流速であることがこの要因と考えられる.後述するように、両者のメジアン径の差異は幾何焦点の垂直下向きガス流速の差異に対応する結果を得ており、これは噴射角度を大きくした場合、2.3.1項に示したように噴射ガスの流線が幾何焦点より上流において溶湯供給管端部を回避するようほぼ垂直下向きに方向を変えるため、垂直方向のガス流速増大の効果は現れるが、噴射孔出口近傍で有する水平方向分速度の影響は認められなかったものと考えられる.



Fig.3-5 Effect of nozzle configuration and apex angle of atomizers on atomized powder size.

(3) 噴射孔形状の影響

typeC-30°(Table3-2-①)と typeCL-30°(Table3-2-⑤)のアトマイズノズルを用いて生成した 粉末のメジアン径は、Fig.3-6に示すとおり MI/Mg に対して同一の直線で相関され、テーパ 管噴射孔を用いることによる生成粉末の微粒化は認められなかった.この理由としては、 Fig.3-3 に示した単孔ノズルから噴射した噴流の流速測定結果によると、噴射圧力 (Pg)が IMPa、測定距離 Lg=25mm においてテーパ管は直管より低流速の噴流を生成するが、Pg=2 ~ 4MPa においてはテーパ管と直管で流速にほとんど差異が無いこと、ならびに両アトマ イズノズルが生成する噴流の平均流速は Pg=1.1MPa において、typeC では Vm=255m/s であり、 typeCL の Vm=253m/s とほとんど同じ値であることから、溶湯をアトマイズした Pg=3 ~ 4 MPa の条件において両アトマイズノズルから噴射されたガスの平均流速はほぼ同じであっ たためと推定される.

(4) 噴射ガス圧力の影響

Table3-2の⑥, ①, ⑦に示した噴射孔径が異なる typeC-30[®]のアトマイズノズルについ てガス流量が同一となるよう, それぞれ 6.10MPa, 4.27MPa, 2.70MPa でガス噴射してアト マイズ粉末を試作した結果を **Table3-3**に示す. ガス噴射圧力によらず生成粉末のメジアン 径はほぼ同じであった.

幾何焦点周りのガス流速はプローブ強度の制約から測定していないが,2.5.1(3)項に述 べた検討結果から,ガス流速が粉末試作の各々の場合で同様であったため,ほぼ同じメジ アン径を有する粉末が生成したと推定される.



Fig.3-6 Effect of gas-nozzle geometry on atomizied particle size.

Table3-3 Median particle size by using various atomizing pressure.

7	1.5 mm	2.70 MPa	56.4 μ m
1	1.2	4.27	60.1
 6	1.0	6.10	53.7

NdFeCoB MI=0.12 \sim 0.14 kg/s Mg=0.27 kg/s

上記(1),(2),(4) に示した実験結果について、各アトマイズノズルが生成するガス噴流 の平均流速 Vmの影響を考慮するため、(3-3)式に従って縦軸にdp50/D1を、横軸に (M₁/M₈)·(σ / (D₁·ρ ··V_m²))·(v / v g)をとることにより、ガス流速の影響を取り込んでメジ アン径とアトマイズ条件をプロットした結果を Fig.3-7 に示す.ここで溶湯の物性値には 普通鋳鉄の値⁶³⁾を与えた. Fig.3-7 によれば上記(1),(2),(4)に示した実験値は(3-4)式 に よってよく相関することができる. すなわち, Fig.3-5 に示す全実験値を d p 5°と (MI/Mg) に ついて最小二乗法で整理すると標準偏差σ=4.8μm,相関係数r=0.79であるのに対して, (3-4)式で示すようにガス流速の効果を相関式に取り入れ、dp⁵⁰/DIとΦについての相関に ついてはσ=3.0 μm, r=0.94 となり,実験式の精度が向上していることが分かった.

 $d_{p}^{50}/D_{1} = 63.6 \sqrt{\Phi}$

(3-4)

 $\Xi \subseteq \overline{\mathcal{C}} \Phi = (M_1/M_g) \cdot (\sigma_1/(D_1 \cdot \rho_1 \cdot V_m^2)) \cdot (\nu_1/\nu_g)$

(3-4) 式に示すようにガス噴射孔の近接および高角度噴射に伴う Vmの増大に対しては、生 成粉末のメジアン径は反比例して減少することが分かった



Fig.3-7 Correlation between dp/DI and $(MI/Mg) \cdot (\sigma \nu (D_I \cdot \rho \nu V_m^2)) \cdot (\nu \nu \nu g)$ (typeB and typeC atomizers).

3.4.4 粒度分布とガス流速分布の関係

前項3.4.3 では、アトマイズ粉末のメジアン径がアトマイズノズルの諸元、アトマイズ 条件にかかわらず、幾何焦点周りの平均流速と相関関係にあることを示した. そこでガス 流速分布の影響を検討するため、流速分布が凸形となるα=30のアトマイズノズルなら びに凹形となるα=45 のアトマイズノズルを用いて生成した粉末の粒度分布とガス流速 分布との関係を調べた.

Table3-2の①, ④に示すアトマイズノズルから噴射されるガス噴流の幾何焦点周りの流 両アトマイズノズルを用いて生成した粉末の粒度分布を Fig.3-9 の階段状線図にて示す.

速分布を Fig.3-8 に示す. なお Fig.3-8 では複数の測定結果を平均化して表示している. 最 大流速は両者でほぼ同じであるが、α=45 の場合には中央部に低流速域が生成した. また同図中の実線は、Fig.3-8に示すガス流速分布を用いてアトマイズ粉末の粒度分布を計 算した結果を示す. 粒度分布の計算にあたり, アトマイズは幾何焦点を通り溶湯供給管の 外径と同じ寸法の水平な円形断面内で行われるものとした.この円形断面を19個の環状 区域と中心円の20の区域に細分化し、(3-4)式を用いて各区域で生成する粉末のメジアン 径を,幾何標準偏差σg=1.27とした対数正規分布によって粒度分布を計算し,各区域につ

いて求めた粒度分布を積算して全体の粒度分布を算出した.ここで溶湯流量はLiuらの実 験結果58)を参照して当該断面内で均一と仮定した.なお試作したアトマイズ粉末の粒度分 布測定結果からσ ε=1.27とした.

Fig.3-9 に示すとおり、粒度分布の計算値はおおむね実測値と一致している. アトマイズ 操作によって生成した粉末全体の粒度分布が、アトマイズが行われる各部分についても適 用できると仮定して、流速分布を有するガス噴流の各部分で(3-4)式に従うメジアン径を 有し対数正規分布した粉末の集合体が生成するとして,生成粉末の粒度分布が推定できる ことになる. α=45°のアトマイズノズルを用いて生成した粉末は、α=30°の場合に比べ て粗粉末の分率が増し粒度分布が広がっている.計算結果は Fig.3-9 に示すとおり実測結 果に比べて粗粉末側で分率が低く算定されるが、α=30°とα=45°の両者を比較すれば実 測値に対応した粒度分布の傾向はガス流速分布から推算できることが分かる.このように ガス流速分布を用いて粒度分布を推算した結果と実験結果とはおおむね傾向が一致してい ることから、粒度分布はガス流速分布と密接に関連することが示された.







Fig.3-9 Particle size distribution in case of using type $\alpha = 30^{\circ}$ atomizer (convex Vg distribution) and $\alpha = 45^{\circ}$ atomizer (concave Vg distribution).

3.5 結 言

ガスアトマイズ法によって生成される合金粉末の粒度に関連する各因子の影響度を明ら かにするため、アトマイズノズル諸元、溶湯流量、ガス流量、ガス圧力を変えて実験し、 アトマイズノズルによって生成するガス流れの特性と生成粉末の粒度との関係を求めた. 溶湯流に噴射するガスの平均流速と平均粒度,ガス流速分布と粒度分布の関係を検討して 得られた主な結果は次のとおりである.

1. 噴射ガス流量ないしは溶湯流量の一方をほぼ同じ値のまま他方を変化させた場合,生 成したアトマイズ粉末のメジアン径は MI/Mg 値に対して同一の直線で相関できた. 2. ガス噴射孔と幾何焦点の近接度,および噴射角度が異なるアトマイズノズルを用いた 場合,生成したアトマイズ粉末のメジアン径は,各アトマイズノズルの幾何焦点周り の平均ガス流速に反比例して減少した.また噴射孔径を調整して異なる噴射圧力にお いても,流量が同じ条件下でアトマイズした場合には,ほぼ同じメジアン径の粉末が 生成した.

3. メジアン径は(MI/Mg)^{0.5}ならびに Vm⁻¹に比例し, 次の実験式を得た.

 $d p^{50}/D l = 63.6 \{ (Ml/Mg) \cdot (\sigma l/(Dl \cdot \rho l \cdot Vm^2) \cdot (\nu l/\nu g) \}^{0.5}$

4. アトマイズノズルが生成するガス流速分布が凹形の場合、凸形の流速分布の場合に比べて生成する粉末の粗粉末の分率が増大した.アトマイズ操作によって生成した粉末全体の粒度分布が、アトマイズが行われる各部分についても適用できると仮定して、ガス流速分布から計算した粒度分布は、実験結果と傾向が一致し、粒度分布はガス流速分布と強く関連することが示された.

第4章 粉末の内包ガスならびに表面状態 に及ぼす粉末製造条件の影響

第4章 粉末の内包ガスならびに表面状態に及ぼす粉末製造条件の影響

4.1 緒 言

粉末ならびに粉末成形材の特性には粉末表面の性状ならびに内部組織が強く関連するた め、粉末表面の酸化物や水酸化物の性状と生成量ならびに内部に捕捉された不活性ガス量 と粉末生成条件との関係、およびこれらが粉末成形材の特性に与える影響を明確にするこ とが求められる.

粉末内部に捕捉された不活性ガスは、気孔と認められる数 µ m を越える比較的大きな ものとミクロボイドと呼ばれる数 nm 程度の比較的小さいものに分けることができるが. ここでは気孔について検討する. 1.2.4 項 に述べたとおり粉末中の気孔については Rabin ら49)および滝川ら50)の検討結果があるが、いずれも粉末に含有される不活性ガスと粉末 製造条件との関係あるいは成形材の特性との関係については不明な点が多い、したがって 粉末中のガス含有量と粉末製造条件との関係および粉末中のガス成分が成形材に与える影 響を明らかにして、粉末材料の特性向上に資することが必要である.

つぎに粉末表面に生成する酸化物層は粉末成形材において旧粉末粒界(PPB:Prior Particle Boundary)を形成し、結晶粒成長を抑制して延性を低減させることが分かっている.また、 酸化しやすい元素を含む組成の合金では、不活性雰囲気下において原料合金を溶解、アト マイズして粉末を生成して取り扱った場合においても、粉末表面には成形材の特性に影響 を及ぼす酸化物等が生成する. したがって粉末表面に生成する酸化物および水酸化物の生 成条件ならびに特性を検討したうえで,表面が十分に清浄な粉末を生成し,耐食性,機械 的強度また溶接性を高めることが必要である.

粉末表面の生成物について Olefiord ら^{41.42)}, Nvborg ら^{43.44)}の研究によりステンレス 鋼粉末などに生成する酸化物種ならびに厚み、粉末表面に占める比率などが明らかにされ ている.しかしいずれも粉末表面の生成物と粉末製造条件との関係あるいは成形材の特性 との関係についてはほとんど言及されておらず、粉末成形材の特性を向上させるための粉 末生成方法の改良指針は示されていない、したがって粉末表面において酸化物等が生成す る条件ならびに粉末表面の生成物が粉末成形材に与える影響を明らかにすることが必要で ある.

以上のことから本章では高 Ni 合金の粉末成形材の特性に対する粉末性状の影響を明確 にし,成形材特性の向上について検討する。まず Ar ガスアトマイズ粉末が含有する Ar 成 分を明らかにするため、粉末粒度ならびに粒子内気孔量と粉末 Ar 量との関係を調査する とともに、アトマイズ条件が粉末の Ar 含有量に及ぼす影響を検討し、溶湯/ガス比(質 量流量比)との関係を調べる.

つぎに粉末中に気孔を生じない N2 ガスアトマイズ粉末について、アトマイズ直後の生 成粉末の冷却速度が粉末表面に生成する酸化物ならびに水酸化物等に与える影響、ならび に粉末成形材の機械的特性との関係について検討する.

4.2 実験装置および実験方法

Arガスあるいは N2ガスを噴霧媒とするアトマイズ法によって高 Ni 合金粉末を生成し、

そのガス成分を含む化学成分,水分,表面生成物を分析するとともに、同粉末をカプセル 充填し、HIP(熱間静水圧成形)あるいは熱間押出し法によって丸棒材を作製して機械 的特性を調べるとともにビードオン溶接を施すことによって溶接特性を調べた.

4.2.1 アトマイズ粉末の生成装置と生成方法

Fig.4-1 に試料粉末の生成に用いたアトマイズ装置の概略構成を示す.真空脱気後に不活 性ガスでパージすることにより、装置内の酸素濃度を 10ppm(0.001vol%) 以下、露点を -65 ℃ 以下にした。あらかじめ成分調整した合金塊を Ar 雰囲気中で高周波溶解炉を用いて再溶 解し、所定の温度に調節ののち、傾転してタンディシュへ注いだ、タンディシュ内の溶湯 が放冷によって所定の温度に達してから、ストッパーを上方へ移動してタンディシュ底部 の溶湯ノズル孔を通してアトマイズノズルに溶湯を供給し、この溶湯流の周囲からアトマ イズノズルによって高圧の № あるいは Ar ガスを噴射して溶湯流を粉砕, 冷却し粉末を生 成した、生成粉末はタンクの底部に仕切り弁を介して取り付けられた粉末タンク内に堆積 させるとともに微粉末はサイクロンで捕集して回収した. アトマイズに用いたガスはサイ クロンに導いて微粉末を分離したのち、大気に放出した.また、アトマイズが終了してか ら直ちにサイクロン入口の弁を閉じ、アトマイズタンクを密閉状態に保ったまま、粉末回 収タンクが常温まで冷却されたのち、タンク底部の仕切り弁を閉め、生成したアトマイズ 粉末を密閉回収した.アトマイズノズルはFig.2-1に示すものを用いた.その特性は第2, 3章に述べたとおりである.



Fig.4-1 Schematic of gas atomization equipment.

表面性状の評価に用いた粉末はタンク底部の粉末タンクから回収したものを用いた.溶 湯のアトマイズによって生成した粉末が堆積する部位にアトマイズと同時にアトマイズに 用いるのと同一種のガスを噴射し、この補助噴射ガス流量を変えることによって粉末の流 動状態を変化させて粉末温度を変化させた. すなわち補助噴射ガス流量を多くすれば、タ ンク内堆積粉末は常温近くまで冷却され、また復熱する現象も認められない、反対に補助 暗射ガス流量が少量の場合はアトマイズ直後の粉末は高温であり, アトマイズタンク内の ガスと長時間に渡って接触したまま常温まで徐冷される.なお、Arガスアトマイズにつ いては多量の補助ガス噴射によって急冷された粉末を試料として用いた.

実験に用いた合金は Inconel625 相当成分の高 Ni 合金(Alloy625 と呼称する)であり代表 的な粉末の成分分析値を Table4-1 に示す. Ar ガスアトマイズ粉末では、後述のように粗粒 子ほど Arを多く含有する結果が得られた. N2アトマイズ粉末の場合は約400ppmの窒素を 含有し粒度によらずほぼ同一の窒素量を示した.出湯温度は約1500℃で各実験ごとに一 定にし、またアトマイズ操作中におけるタンディシュ内の溶湯温度の低下は約25℃未満 であった.粉末回収量を出湯時間で除して溶湯の平均流量と見なした値は11~15kg/min, 噴射ガスの圧力は約 4.5 ~ 5.0MPa, Ar ガス流量は約 12 ~ 43kg/min, N2 ガス流量は約 32 ~ 36kg/min であった.また生成粉末のメジアン径は 60~125 µm であった.

4.2.2 試料粉末の取扱い方法

タンク底部に連結された粉末タンク内の回収粉末は、仕切り弁を密閉したまま不活性ガ スで置換したグローブボックス内に搬入して取り出し、分析用試料を分取した. 試料粉末 はアルミニウムをコーティングしたポリエステル製の袋に入れて熱線シールした.これを シリカゲル式のデシケータの中で保管することにより、粉末が大気に暴露されることを抑 制した.

生成粉末は粒子径によらずほぼ球形であり,一般にサテライトと呼ばれる粒子表面に付 着する微細粒子は少数であった.また、約100μmより大きい粒子のSEM像には外表面 にデンドライト状の凝固組織が認められた.

4.2.3 粉末特性の測定方法

(1) 水分分析

水分分析は JIS M 8211 に準拠してカールフィシャー滴定法で行った. 試料は前記のグロ -ブボックス内で保管した粉末を大気中に取り出して速やかに測定に供した.本方法にお ける水分分析の精度は 5x10⁻⁴ mass%であった.

(2) 表面分析

粉末の表面分析には VG ESCA3 MK Ⅱを使用し、AlのKa線を用いた.表面汚れ、およ び表面カーボン汚れを除去する 0.5nm 程度の Ar スパッタを施してから X線光電子分光法 (XPS分析)にて分析した.粉末試料としては150~250 µmならびに75~105 µm にふるい分けたものを対象にし、インジウム板に乗せて軽度の冷間プレスを施した.

	С	S	i Mr	n P		S	Cr
Product	0.004	0.48	8 0.48	3 0.0	002 0	.002	21.1
						20	0.0
Spec. ※	<0.01	5 <0.	5 <0.5	5 <0.0)15 <0	.015	-23.0
Мо	Nb	Fe	Al	Ti	Ni	0	N
8.90	3.56	3.95	5 0.06	0.005	59.3	0.007	0.002
8.0	3.15						
-10.0	-4.1	5 <5.0	0 < 0.4	< 0.4	>58.0)	_
* UN	IS N066	525					
U	NS;Unit	fied Nu	mbering	System	(ASTM	0	
	0((05			Nº C. I			
N	Table 4	4-1(2) (Chemical	compos	ition of	lloy	
N	Table 4	4-1(2) (Chemical	NI-Cr-N compos N2-atom	sition of <u>ized po</u>	wder. (n	nass%)
Product	Table 4	4-1(2) (Si	Chemical Mn	NI-CT-N l compos <u>N₂-atom</u> P	sition of <u>ized po</u>	wder. (n <u>Cr</u>	<u>Mo</u>
Product	Table 4 <u>C</u> 0.004	4-1(2) (Si 0.45	Chemical Mn 0.47	NI-CF-M l compos <u>N2-atom</u> <u>P</u> 0.002	sition of ized po S 0.002	wder. (n <u>Cr</u> 21.1 20.0	<u>mass%)</u> <u>Mo</u> 8.84 8.0
Product Spec. ※	Table 4 C 0.004 <0.015	code in4-1(2) (2)Si0.45<0.5	Mn 0.47 <0.5	NI-CF-M l compos <u>N2-atom</u> <u>P</u> 0.002 <0.015	sition of ized po S 0.002 <0.015	wder. (n <u>Cr</u> 21.1 20.0 -23.0	<u>Mo</u> 8.84 8.0 0 -10.0
Product Spec. *	Table 4 C 0.004 <0.015 Nb	 code in 4-1(2) (2) Si 0.45 <0.5 Fe 	Mn 0.47 <0.5	NI-CF-M l compos <u>N2-atom</u> <u>P</u> 0.002 <0.015 Ti	sition of ized po S 0.002 <0.015 Ni	wder. (n Cr 21.1 20.0 -23.0	<u>Mo</u> 8.84 8.0 0 -10.0
Product Spec. **	Table 4 C 0.004 <0.015 Nb 3.66	<0.5 Si 0.45 <0.5 Fe 3.45	Chemical <u>Mn</u> 0.47 <0.5 <u>A1</u> 0.06	NI-CF-W l compos N2-atom P 0.002 <0.015 Ti 0.005	40-Nb a sition of ized po S 0.002 <0.015 Ni 59.5	wder. (n <u>Cr</u> 21.1 20.0 -23.0 <u>O</u> 0.009	<u>Mo</u> 8.84 8.0 0 -10.0 <u>N</u> 0.042
Product Spec. ::	Table 4 C 0.004 <0.015 Nb 3.66 3.15	<0.5 Si 0.45 <0.5 Fe 3.45	Mn 0.47 <0.5	NI-CF-W l compos <u>N₂-atom</u> P 0.002 < <u>0.015</u> <u>Ti</u> 0.005	40-Nb a sition of ized po S 0.002 <0.015 Ni 59.5	wder. (n Cr 21.1 20.0 -23.0 0 0.009	<u>Mo</u> 8.84 8.0 0 -10.0 <u>N</u> 0.042
Product Spec. *	Table 4 C 0.004 <0.015 Nb 3.66 3.15 -4.15	 code in 4-1(2) (2) Si 0.45 <0.5 <td>Mn 0.47 <0.5</td> A1 0.06 0) <0.4	Mn 0.47 <0.5	NI-CF-M l compos <u>N₂-atom</u> P 0.002 <0.015 <u>Ti</u> 0.005 <0.4	40-Nb a sition of <u>ized po</u> S 0.002 <0.015 <0.015 Ni 59.5 >58	Illoy wder. (n Cr 21.1 20.0 -23.1 O 0.009 .0	<u>Mo</u> 8.84 8.0 0 -10.0 <u>N</u> 0.042
Product Spec. *	Table 4 C 0.004 <0.015 Nb 3.66 3.15 -4.15 N0662	<pre>code in 4-1(2) (Si 0.45 </pre> <pre><code 3.45="" <="" file="" pre=""> <pre><code 3.45="" <="" file="" pre=""> <pre><code 3.45<="" file="" pre=""> </code></pre></code></pre></code></pre>	Mn 0.47 <0.5	NI-CF-M I compos <u>N2-atom</u> <u>P</u> 0.002 <0.015 <u>Ti</u> 0.005 <0.4 1 Unified	40-Nb a sition of <u>ized po</u> S 0.002 <0.015 <0.015 Ni 59.5 >58 d Numb	Illoy wder. (n Cr 21.1 20.0 -23.1 O 0	<u>Mo</u> 8.84 8.0 0 -10.0 <u>N</u> 0.042
Product Spec. *	Table 4 C 0.004 <0.015 	 code in 4-1(2) (2) Si 0.45 <0.5 <td>Mn 0.47 <0.5</td> A1 0.06 0 <0.47	Mn 0.47 <0.5	NI-CI-M I compos <u>N2-atom</u> <u>P</u> 0.002 <0.015 <u>Ti</u> 0.005 <u><0.4</u> I Unified b alloy (Ao-Nb a sition of ized po S 0.002 <0.015 <0.015 Ni59.5>58Alloy62	Illoy wder. (n Cr 21.1 20.0 -23.0 0 0.009 .0 ering Sy 25)	<u>Mo</u> 8.84 8.0 0 -10.0 <u>N</u> 0.042
Product Spec. **	Table 4 C 0.004 <0.015 3.66 3.15 -4.15 5 N0662 N0662	 code in 4-1(2) (2) Si 0.45 <0.5 <0.5 Fe 3.45 <5.0 25;Ni-C 	Mn 0.47 <0.5	NI-CF-M l compos N_2 -atom P 0.002 <0.015 Ti 0.005 <0.4 1 Unified b alloy (Ao-Nb a sition of <u>ized po</u> S 0.002 <0.015 <0.015 Ni 59.5 >58 A Numb Alloy62	Illoy wder. (n Cr 21.1 20.0 -23.0 0 0.009 .0 ering Sy 25)	<u>Mo</u> 8.84 8.0 0 -10.0 <u>N</u> 0.042

関があるためHIP材を用いて試験した.

このち封口し 成形材に Fig. 4-2 に示すとおりTIG法によってビードオン溶接を施し、溶融した部分の断面を光顕観 察して溶接金属中に発生した気孔(ブローホール)の発生量、気孔径を測定した.ブロー ホールの発生量比率は、数視野の顕微鏡写真から溶接金属の断面に占めるブローホールの 断面積を画像処理を援用して求めた、なお、実管は熱間押出法によって製造したが、溶接 特性についてはHIP材がより簡便に結果が求められ、押出材を用いた試験結果とよい相

Powder HIP





Fig.4-2 The TIG test procedure and an example of micro-structure of a cross section for the weld metal.

(4) 粉末の Ar 含有量および断面形態

生成した粉末をグローブボックスから取り出し、JIS Z 8801 に規定されたふるいを用い て,空調された室内で所定の粒度に分割し,再び不活性ガスでパージされたグローブボッ クス内に保管した.Arの分析は不活性ガス融解法によって行った. つぎに,ふるい分けた粉末を樹脂に埋め込み,粉末断面の径がふるいの目開きのほぼ平 均値になるまで研磨した例を Fig.4-3 に示す. 粒子断面の気孔面積が当該粒子の断面積に 占める割合を各粒度区分ごとに、約2000個の粒子について画像処理を用いて計量し平均 値を求めた。

4.2.4 粉末成形方法および機械的特性の評価方法 試料粉末をステンレス鋼製のカプセルに振動充填し 400 ℃-lhの脱気を施したのち封口 した粉末カプセルを1150℃に加熱し、押出し比12.2の熱間押出しを施して丸棒状の成形 材を作製した. この成形材に UNS N06625 に "Solution annealed" と示されている 1200 ℃ -10min -WQの熱処理を施したのち、押出し方向と引張方向が一致するように JIS Z 2201 に従って 6mm 径の丸棒引張試験片を, 押出しと直角の方向が衝撃方向と一致するように JIS Z 2202 に従って4号試験片(ハーフサイズのシャルピー試験片)を採取した.なお組織観察は 1200 ℃ -200 MPa-1hのHIP処理を施した成形材についても行った.

4.3 Ar アトマイズ粉末の性状

窒化物の生成がない Ar アトマイズ粉末の性状に関して検討した結果は次のとおりであ 3.





Bead on Plate Weld (without Filler Metal) Microscopic Observation



CL Fig.4-3 Polished



4.3.1 粉末のガス含有量 (1) 粒度とガス含有量の関係

Fig.4-4 に Ar 含有量と粉末粒度の関係を示すとおり Ar 量は粗粒ほど多く、同一粒度にお いても試作チャージによって異なる値を示すこと、また 30~40 µmより微粒側では粉末 Ar 量は約 0.5ppm(0.00005mass%)の一定値を有することが分かった. Rabin ら⁴⁹⁾が調べた Heを冷却媒体とした遠心アトマイズ法によるステンレス鋼粉末な らびに Arを媒体とした真空アトマイズ法によるステンレス鋼粉末についても粗粒子ほど ガス含有量が増す結果が得られており、アトマイズ粉末では粗粒ほど不活性ガスを多量に 捕捉する傾向がある.



Fig.4-4 Ar content versus particle size.

(2) 溶湯/ガス比とガス含有量の関係

アトマイズ粉末の Ar 含有量と粒度との関係は粉末試作チャージによって異なっている (Fig.4-4). そこで粉末 Ar 量と粉末生成条件との関係を検討した. ガスアトマイズ法に おいては溶湯流から粉末が生成する過程において噴射ガスの作用によって溶湯流が複雑に 変形することが示されており⁷²⁾, 溶湯滴が周囲のArガスを捕捉して粉末になると考え られている⁴⁹⁾. したがって粉末の Ar 量は溶湯の粘度,表面張力に影響を与える出湯温 度,ならびに分裂形態に影響を与える噴射ガス流量ならびに流速によって大きく変化する と考えられる.ここでは溶湯を出湯可能な最低温度とし,噴射ガス圧力は一定のままガス 噴射孔の内径が異なるアトマイズノズルを用いることでガス流量を変えて粉末を作製して 粉末 Ar 量との関係を検討した.

Fig.4-5 に粉末 Ar 量と溶湯/ガス比との関係を示す.この実験結果から噴射ガス流量が 少ないほど同一粒子径での粉末 Ar 量は低減すること,溶湯とガスの質量流量比が約0.8 より大きい場合には粉末 Ar 量の低減が飽和する傾向を示すことが分かった.



Fig.4-5 Ar content versus metal/gas flow rate ratio.

ここで粗粒子ほど Ar 含有量が多くなるのは、溶湯流が分裂して球形粒子となる過程に おいて変形の箇所,変形量ともに大きいことに加えて固化に長時間を要するためと考えら れる.この理由は、Table4-2に示した結果から溶湯温度が高いほど固化するまでの時間が 増して粉末のAr含有量が増したと考えられること、ならびにガス流量が増して MI/Mgの 値が小さいほど粉末の Ar 含有量が増している (Fig.4-5) ことから, 噴射ガスの作用によ る溶湯の変形箇所,変形量が増したためと考えられる.すなわち粗粒子では固化するまで の時間が長いためにより複雑に変形して周囲ガスを巻き込む箇所が増すこと,ならびに粒 子を変形させようとするガスの動圧と球形化させようとする表面張力との比である(4-1) 式 に示すWe数が粗粒子ほど大きいことから理解されるとおり、粗粒は変形しやすいため に周囲ガスを巻き込むことが作用していると考えられる

$Ve=(\rho \ g\cdotd_{p}\cdotVg^{\circ}) / \sigma 1$	
dp :粒子径	(m)
Vg :噴射ガスの流速	(m/s)
ρg:噴射ガスの密度	(kg/m ³)
σ1:溶湯の表面張力	(N/m)

Table 4-2	Effect of molten metal temperat on Ar content of atomized pow	ture der.
Molten metal temp. (°C)	Ar content of powder $150/250 \ \mu$ m (mass %)	Ml/Mg
1420	1.8×10^{-4}	0.45
1510	3.1×10^{-4}	0.39
1660	4.1×10^{-4}	0.42

4.3.2 粉末ガス含有量と粒内ポロシティーの関係 粉末ガス含有量と直接関連する因子を把握するため, 粒子内部の気孔との関係を検討し た. 粒子断面の気孔の面積率(ポロシティーと呼称する)と粉末 Ar 量との関係を Fig.4-6 に示す. 粒子内の気孔は粗粒ほど多く, ポロシティーの大きい粗粉末ほど多量の Ar が含 有され, Ar量は試作チャージによらずポロシティーと強い相関を示した. 前出の Fig.4-5 では試作チャージによってガス量と粒度の関係に差があったが、粉末 Ar 量とポロシティ -との関係はほぼ単一の曲線で表すことができた.



Fig.4-6 Ar content versus powder porosity measured in cross section.

(4-1)

また光顕観察ではほとんど気孔が認められない微粒でも約0.5ppm(0.00005mass%)のArを 含有していた.これらの結果から粉末のArの大部分は粒子内部の気孔に、一部が微細な サイズのボイドとして組織中に捕捉されていると考えられる.さらに微粒ほどAr量は少 ないことから考えて、粉末表面に吸着されているArは相対的に少ないと見なせる.

4.3.3 粉末成形材の性状

(1) ミクロ組織

粉末に含有される Arが成形材特性に与える影響を検討するため、Arガスアトマイズ法 によって作製した粉末をHIP法ならびに粉末押出し法によって固化成形しその断面組織 を観察した. Fig.4-7 に示すようにHIP成形材には認められないが、押出し材では長さ 100 μ m程度の亀裂(気孔欠陥と呼称する)が認められた.また熱処理材では固化成形 方法によらず 1200 ℃以上での熱処理材について気孔欠陥が認められた.



a)Hot extruded b)HIPed Fig.4-7 Microstructure of hot extruded and HIPed powder consolidated materials.

このように成形方法によって気孔欠陥の現れかたに差が生じる理由は次のように考えられる. 押出し材においては,粉末の充填層が押出し機のコンテナ内で圧縮変形(据込み) されて粉末が相互に圧着したのち,ダイス部で縮径されて押出し方向にArガスの気孔が 延ばされて材料内部に残留する.ダイスを通過した直後に高温で変形抵抗が低い状態のま ま応力が解放されるため,押出し材内部のガスが膨張して光顕観察される寸法の気孔欠陥 となる.いっぽうHIPでは高温で長時間(約1h)に渡る低歪み速度での変形により,ク

リープ現象や粒界拡散現象によって粉末内部のArガスは分散して収縮した状態となり、 高圧に保持されたまま冷却されるので Ar ガスは成形材内部に残留するものの膨張するこ となく微細に分散した状態であるため光学顕微鏡では観察できない.

また熱処理材では固化成形方法によらず気孔欠陥が認められるのは材料内部に残留した Ar ガスが高温下で変形抵抗が低減した材料内部で膨張するためである.これは粉末の固 化成形材に対する TIP (Thermal Induced Porosity) 試験⁶⁴⁾において内部にガスが残留した材料 では成形材密度が低下することと対応している.

なお粉末成形材において気孔欠陥が認められなくなるのは、粉末 Ar 量が約 1.0ppm (0.0001mass%) より少ない場合であり, Fig.4-4 に示す粉末の Ar 含有量と粒度との関係から 分かるように、使用できる Ar ガスアトマイズ粉末は微粒に限定され、その歩留りは低い.

(2) 機械的特性

いっぽう機械的特性は Table4-3 に示すとおり溶製材とほぼ同等の値を示し、成形材に内 包される気孔欠陥の影響は少ないことが分かった.なお結晶粒径も溶製材と粉末材で差は なく両者とも20~30 µ m であった.

Specimen	TS	YS	El	RA	vE o
	N/mm ²	N/mm ²	%	%	J
Hot extruded	819	393	66.0	71.6	102
HIPped	798	383	58.0	69.0	82
Wrought	765	363	71.0	73.0	101
Spec. *	>690	>276	>30		

* UNS N06625 UNS;ASTM Unified Numbering System N06625;Ni-Cr-Mo-Nb alloy (Alloy625)

このように Ar ガスアトマイズ粉末の押出し成形材の内部に気孔欠陥が認められるにも かかわらず,機械的特性に溶製材との差が少ないことは,延性破壊する場合には欠陥の存 在は断面積の減少程度を考慮すればよいとする従来の研究結果⁶⁵⁾と同様の傾向を示してい るためと考えられる. すなわち軟鋼溶接継手のブローホールについては欠陥率が10%以 下では強度の低下がほとんどないことが示されており⁶⁵⁾, Fig.4-7 に示すように気孔欠陥 は円孔の集合であり先端部は必ずしも鋭くないこと、また気孔欠陥の占める面積は少量で あること、さらに試験片の破面観察から延性破壊と判断されることから Table4-3 に示す結 果が得られたものと考えられる.

またHIP材の延性は押出し材ならびに溶製材に比べて低く、粉末表面の酸化物等によ り粒子間の接合が不十分であるためと考えられる⁶⁶⁾.

4.4 粉末表面性状と粉末冷却速度との関係(N2アトマイズ粉末に関して)

- 70 -

一般に高耐食・高強度を要求される金属材料では組織に気孔欠陥を含むことは好ましく ない.これまでの検討結果から粉末に内包される気孔にはArガスが含まれること、粉末 中のArは成形材の気孔欠陥の原因となり、Arを全く含まない粉末をArアトマイズ法で 生成することは非常に困難であることが判明した.したがって噴霧媒をArからN2に替え たN2アトマイズ粉末を試作し、粉末の断面ならびに粉末成形材のミクロ組織をArアトマ イズ材と比較して特徴を明らかにすることとした.

4.4.1 N2アトマイズ粉末の断面形態

噴霧媒をArからN2に替えることにより、冷却速度が多少増し、粒度は多少減少する. 試料作製に用いたアトマイズ装置ではAr雰囲気溶解するチャンバーとアトマイズタンク とはガス流通がない構造とした. 試作粉末のAr含有量は検出限界以下であり、Fig.4-8 に 示すとおり、粉末の断面に気孔は認められなかった.



250/150 µ m

Fig.4-8 Polished cross-section of N2 - atomized A625 powder.

4.4.2 粉末の含有水分

Fig.4-9 は試料粉末の加熱温度を 100 ℃ ずつ上昇させ,水分の検出が認められなくなる まで保持して各温度帯での粉末の水分量を測定した結果である. 38/45 µ m の比較的微粒 子の場合,水分の分析値は 200 ℃~ 300 ℃で最も大きい値を示し, 500 ℃~ 600 ℃以上で は検出限界以下となった.いっぽう 150/250 µ m の比較的粗粒子の場合,加熱温度帯の違 いによる水分の分析値に大きな差は認められず 500 ℃以上では検出限界以下となった.



150/105 µ m





50

Fig.4-9 Water content of the atomized powder for various heating temperatures.

つぎに粒度別にふるい分けした粉末の水分を測定した結果を Fig.4-10 に示す. 微粉末ほ ど水分値が高い値を示すことから水分は粉末粒子表面に吸着されていると考えられる.ま た徐冷粉と急冷粉で水分値に差異は認められなかった. これらの結果から、粉末材の水分パージには 500 ℃ 程度までの加熱が必要と推定され る.実用的には真空脱気で水分を脱離させることが一般的であり、粉末を充填したカプセ ルを真空脱気する条件についてのモデル計算⁸⁷⁾あるいは真空下で粉末を流動させて吸着 ガスを除去する装置の例⁶⁸⁾が述べられている.

4.4.3 粉末表面の生成物

粉末表面に生成する析出物を表面分析して,粉末冷却条件との関係を調べるとともに, 粉末表面に析出すると同定された酸化物,水酸化物の溶接特性への影響を調べた. Fig.4-11にXPS分析で得られたスペクトル曲線を示す.この分析結果から判明した事

項は次のとおりである.

(1) N i の存在形態

粉末表面でNiは主にNi(OH)2の形態で存在し、徐冷粉末では急冷粉末に比べて金属Ni のピークと比べた Ni(OH)2 のピークが高いことから、Ni(OH)2 が非常に多いことが分かった. なお, 徐冷粉末では NiO も存在が認められた. また急冷粉末では 250/149 μ m 粉末と 105/ 74 µ m 粉末で粒度によるスペクトルの差はほとんど認められず,前記の2粒度の粉末に 関する金属 Ni と Ni(OH)2の存在比はほぼ同一と見なすことができた.

 \boxtimes Fine powder(45/38 μ m) Coarse powder($250/150 \,\mu$ m)



300~400 400~500 500~600



Fig.4-10 Water content versus powder particle size prepared at different cooling rates.

(2) Crの存在形態

Cr は主に Cr2O3 で存在し, 徐冷粉末では急冷粉末に比べて金属 Cr のピークと比べた Cr2O3 のピークが高いことから, Cr2O3 が非常に多いことが分かった. また急冷粉末では粒度に よるスペクトルの差はほとんどないと判断され, 250/149 μ m 粉末と 105/74 μ m 粉末では 金属 Cr と Cr2O3 の存在比はほぼ同一と見なすことができた.

(3) Moの存在形態

Moは主に MoO₃, MoO₂の形態で存在した.金属 Moのピークと酸化物のピークとの相対 的高さは急冷粉末と徐冷粉末とで相違が認められなかった.よって Mo酸化物の状態は急 冷と徐冷で差がないと考えられる.また粒度によるスペクトル差もほとんど認められなか った.

(4) N b の存在形態

Nbは主にNb2Os, NbOの形態で存在し徐冷粉末では急冷粉末に比べて金属Nbのピーク と比べたNb2Osのピークが高いことから,Nb2Osが非常に多いことが分かった.また急冷粉 末では粒度によるスペクトルの差はほとんど認められなかった.

なお,供試合金に含まれる易酸化性元素である Al, Si の酸化物ないしは水酸化物は検 出されなかった.

以上のXPS分析から,徐冷粉末では急冷粉末に比べて,Ni(OH)2,Cr2O3,Nb2Osが多い こと,金属のピークと酸化物のピークの両方が現れる急冷粉末の酸化物の厚さは約2nm 以下と考えられることが分かった.



また急冷粉末については粒度によるスペクトルの差がほとんど認められないこと、さら に篩分した粉末 (22~250 µ m)の酸素量は粒度区分の中央値の逆数にほぼ比例する結果が 得られていることから、粒子表面には粒子径によらずほぼ同じ厚みの酸化物、水酸化物層 が存在すると推定される.

4.4.4 溶接ブローホール

前述の粉末表面分析の結果により, 急冷粉末と徐冷粉末では表面の酸化物ならびに水酸 化物の生成量が異なることが明らかとなった.これらの差異が粉末成形材の特性に与える 影響を検討するため、粉末の表面汚染による影響を反映しやすい特性の一つとして溶接金 属中のブローホールについて調査した.なお機械的特性の差異については 4.5.2 項に後述 する.

アトマイズ直後におけるタンク底部に堆積した粉末の温度と4.2.3項に記したTIG試 験によるブローホール量との関係を Fig.4-12 に示す. Fig.4-12 に示すとおり T I G 溶接の溶 接金属中に発生したブローホールは堆積部の粉末温度が高い徐冷粉末に多く, 堆積部の粉 末温度が 300 ~ 400 ℃より高温の場合に多量に発生した.



Fig.4-12 TIG test results for the N 2 -atomized powder with various storage bin temperatures.

徐冷粉末の表面で同定された酸化物によるブローホール発生を確認するため、 4.4.2 項 に示した表面分析にて粉末表面に存在すると同定された酸化物ならびに合金成分から推定

して生成する可能性のある酸化物を、溶製法で作製した Alloy625 の棒材の端面に溶射して 付着させ、その端面と同一径を有する他の Alloy625 棒材の端面とをHIP 接合した.この 接合面と直角な断面上の接合部分にTIG試験を施してブローホールを観察した結果を Table4-4 に示す. Table4-4 に示すように, Cr, Nb, Mn, Feの酸化物では多数のブローホー ルの発生が認められた.

これはアークによって酸化物が分解して発生した酸素, CO, CO 2ガスがブローホール として残留したものと思われる、4.4.3項に示した表面分析の結果と比べると、徐冷粉末 の表面で検出された Cr 2 O 3 ならびに Nb 2 O 5 は溶接金属中のブローホール発生と強い因 果関係を有していると考えられる.

Table4-4 TIG test results for spray coated

_	oxides o	nto Alloy625 bars
-	Oxides	Blow-holes
	Cr ₂ O ₃	Observed
	MnO	Observed
	Fe ₂ O ₃	Observed
	Nb ₂ O ₅	Observed
	Al ₂ O ₃	Not observed
_	SiO ₂	Not observed

4.4.5 N 2アトマイズ粉末成形材のミクロ組織と機械的特性 熱間押出し-熱処理材のミクロ組織を Fig.4-13 に示す.気孔欠陥は認められなかった. 約1µmの大きさの析出物が認められ,窒化物であることが確認された.これら析出物 の与える影響について、機械的特性については Table4-5 の"N 2- atomized R"欄に表示すると おり多少の延性低減・硬質化が認められたが規格値は十分に満足した、なお、サワーガス 耐食性についてN2ガスアトマイズ材は溶製材と差異のないことを5.3.3項で明らかにする.

4.5 粉末成形材特性に及ぼすカプセル前処理方法の影響 4.5.1 ミクロ組織

4.4.1 項に示した結果からガスアトマイズ粉末の表面に吸着した水分は加熱によって脱 離が可能であること、また 4.4.2 項に示した結果から急冷粉末では表面酸化物、水酸化物 の生成が少ないことが判明した.そこで粉末生成方法,脱気方法の違いが粉末成形材の清 浄度に与える影響を調べるため,粉末冷却速度あるいは充填粉末の脱気方法が異なる試料 を作製しTIG試験を施した.結果を Fig.4-14 に示す. Fig.4-14 で a) は急冷粉末をカプセル 充填し温間脱気した場合,b)は急冷粉末をカプセル充填し室温で脱気した場合,そして c)は徐冷粉末をカプセル充填し温間脱気した場合である.急冷粉末を温間脱気した場合は, 溶接金属にブローホールは認められなかったが、温間脱気を行わない急冷粉末および徐冷 粉末の場合は脱気を施しても、約10~50 µ mのブローホールが認められた.b)の場合は

lov625 bars. Blow-holes Observed Observed Observed bserved observed



(1) As hot extruded



(2) Hot extruded and 1200 $^{\circ}C \times 600s$ AC

Fig.4-13 Microstructure of hot extruded material for N2-atomized powder. (in longitudinal cross section \rightarrow : extruding direction)



And the second s

And a set of the set bears and the

the set of the set of

......

a)

b)

c)____

a)rapidly cooled with 400°C evacuation b)slowly cooled with 400°C evacuation c)rapidly cooled without 400°C evacuation

Fig.4-14 TIG test results for powders with different processing.



粉末表面の水分が, c)の場合は粉末表面の酸化物,水酸化物がブローホール発生の原因と 考えられる.

したがって,機械的特性の良好な粉末成形材の製造には生成粉末を急冷して酸化物の生 成を抑制するとともに,吸着水分の温間脱気による脱着が必要であることが分かった.

4.5.2 機械的特性

急冷粉末と徐冷粉末をカプセル充填し,温間脱気を施して熱間押出材を作製して機械的 特性を評価した結果を Table4-5 に示す.この結果から徐冷粉末の成形材は急冷材に比較し て,シャルピー衝撃エネルギーが多少低いが引張強度,延性値はほぼ同一と見なすことが できる.また急冷粉末の成形材は溶製材に比較してやや強度が高く,延性が低いが規格値 は十分に満たしている.

Table4-5 Mechanical properties of N2 - atomized powder

conso	lidates	(hot extr	ruded and	1200	C WQ).	
Specimen		TS	YS	El	RA	vE o
powder cooling		N/mm ²	N/mm ²	%	%	J
N 2-atomized	R	886	440	58.8	66.0	89
N 2-atomized	S	879	411	57.7	64.0	80
Wrought		765	363	71.0	73.0	101

以上のことから、N2アトマイズ法で生成した Alloy625 の急冷粉末を温間脱気して熱間 押出成形した粉末材料は機械的特性,溶接特性とも十分に高いとともに,ミクロ組織も良 好であることが確認できた.

いっぽう, Alloy625 粉末のHIP成形材の特性については Gilman⁵¹⁾ が引張特性, 溶接 性,耐食性の観点から Ar アトマイズ材で問題のないことを述べている.アトマイズガス 種による成形材の特性は本章で明らかにしたとおり、Arアトマイズ粉末では押出し材に 気孔欠陥が生じること、N2アトマイズ粉末の成形材は多少硬質であるとともに析出物が 多少生成することがそれぞれ留意点である.粉末応用製品の必要仕様から適切なアトマイ ズガスを選択することが必要となる.

R:rapidly cooled S:Slowly cooled

4.6 結 言

補助噴射ガスの吹き付けによってアトマイズ粉末を急冷する不活性ガスアトマイズ法に よって Alloy625 粉末を生成し、特性を評価した. Ar アトマイズ粉末について粉末 Ar 量と 粒度および粒子内部の気孔量との関係ならびに成形材の特性さらに粉末 Ar 量と粉末製造 条件との関係を検討した.また N 2 アトマイズ粉末について表面生成物ならびに成形材特 性と粉末製造条件との関係を検討した、得られた主な結果は次のとおりである.

- 1. Ar ガスアトマイズ法で生成した粉末に含まれる Ar 量は微粒子ほど減少したが、22μm 以下の微粉の場合も約 0.5mass-ppm (0.00005mass%)の Ar を含有した.
- 2. 粉末断面のポロシティーと粉末 Ar 量には明確な相関が認められた.
- 3. 溶湯とガスの質量流量比 MI/Mg が大きいほど粉末 Ar 量は減少するが, MI/Mg>0.8 では Ar 量低減が飽和した.
- 4. Ar アトマイズ粉末の熱間押出しによる成形材には気孔欠陥が認められたが、引張特性 は溶製材とほぼ同等であった.
- 5. 粉末水分は加熱温度が約500℃まで脱着が認められ、急冷粉末と徐冷粉末とで差異は 認められなかった.また水分分析値は粒度に反比例するため、水分は表面吸着している と見なせる.
- 6. 徐冷粉末の表面には急冷粉末に比較して多量の Ni(OH)2, Cr2O3, Nb2O5 が認められ, ア トマイズ粉末温度が400℃より高いとTIG試験において溶接金属中に多量のブローホ ールが発生した.また急冷粉末については、これらの水酸化物、酸化物と各金属元素と の比率に粒度による差異は認められなかった、溶製法で作製した Alloy625 中の Cr2O3. Nb2Os 溶射層からはビードオン溶接によってブローホールが発生し、Alloy625 粉末表面 のこれらの酸化物がブローホールの原因であることを示した.
- 7. N2アトマイズ法で生成した急冷粉末をカプセル充填・温間脱気したHIP成形材には ブローホールは認められなかったが、常温脱気を施した急冷粉末あるいは温間脱気を施 しても徐冷粉末の成形材ではブローホールが発生した.また成形材に気孔欠陥は認めら れず,窒化物の析出による多少の延性低減・硬質化が認められた.

第5章 高合金粉末熱間押出し成形材の

特性ならびにクラッド鋼管の作製

第5章 高合金粉末熱間押出し成形材の特性ならびにクラッド鋼管の作製

5.1 緒 言

原油プラント用の管材料や排熱ボイラ用熱交管など高い耐食性, 耐熱性を求められる素 材には高合金が適用される例が多いが,一般に高合金は難加工材料であるため,工業製品 としての供給に問題を抱えている. さらに、高価な高合金材料は必要部位に限定して用い ようとする要望も強い.

このように高特性ながら加工性に劣る高合金を必要部位に配置した素材の提供方法とし て、ニアネットシェイプ加工が可能であることや偏析が少なく脆性相の析出を抑制できる こと等に着目して粉末冶金法の適用を試みた.粉末冶金法は鉄系の焼結機械部品の製造に は広く適用されているが、高合金の耐食・耐熱材料については検討例が少ない、そこで著 者は第2,3章に記した微粉末の製造技術についての研究ならびに第4章に記した清浄粉 末の製造技術についての研究結果に基づいて生成した高品質の高合金粉末を用いて、耐食 性に優れた成形材を生成する方法ならびに低合金鋼と密着複層化したクラッド材の製造技 術に関する研究を行うこととした.

高合金の粉末成形材については12.5項に述べたとおり、宮坂ら58)により日1P+執 間押出し法による高合金/低合金鋼クラッド油井管が試作され、サワーガス中で十分な耐 食性を示すと報告されているものの、生産性や製造コストの点で課題が多い.また Rizzo ら⁵⁷⁾はHIP法により高合金ライナーを低合金鋼母材に密着させた油井用配管部品の製造 を報告しているが,粉末に十分な塑性変形を加えなければ,粉末成形材の性能が劣るとす る報告⁽⁹⁾もある.そこで著者はこれらの従来の製造法の欠点を改良し,粉末材の性能を十 分に発現でき、かつ生産性の高い製法として、СІР処理を施して粉末充填層の密度を向 上させた粉末ビレットを熱間押出しする方法(CIP-押出し法)によるクラッド材料の 製造技術を研究した.

本章ではまず基礎的知見として, 高合金粉末の押出し成形材に関する耐食性と機械的特 性について,粉末の特性ならびに固化成形方法との関連を検討する.つぎに高合金粉末と 鋼材との接合界面の状態について検討するとともに、高合金と加工性が異なる低合金鋼と の界面密着性に優れたクラッド材料を熱間押出し法で製造するための基本技術を検討する.

これらの実験室規模の検討から得た基礎的知見を用いて実管サイズのクラッド管の試作 に取り組み、ユジーン・セジュルネ方式の実管製造設備を用いて、粉末高合金内面クラッ ド鋼管の試作に成功した.本章ではその製造技術と試作管の特性評価結果についても述べ 3.

5.2 実験方法

5.2.1 供試粉末

供試粉末は、ASTM 規格の UNS N06625 に則って調製した溶製材を不活性雰囲気下で再 溶解し、窒素ガスを噴霧媒としたアトマイズ法により製造した Ni 基合金粉末 (Alloy625 粉末と呼ぶ)であり、その化学成分をTable5-1に、同粉末のJISふるい分け法による粒 度分布測定結果を Fig.5-1 に、外観を Fig.5-2 に示す.

	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Мо	_		
Powder	0.004	0.45	0.47	0.002	0.002	21.1	8.84			
pec.						20.0	8.0			
* <	0.015	<0.5	<0.5	<0.015	< 0.015	-23.0	-10.0	-		
				Nb	Fe	Al	Ti	Ni	0	N
				3.66	3.45	0.06	0.005	59.5	0.009	0.042





Fig.5-1 Particle size distribution for Alloy625 powder.

* Spec.;UNS N06625 UNS;Unified Numbering System (ASTM) N06625;a code name for Ni-Cr-Mo-Nb alloy

Ar

N.D.



Fig.5-2 SEM for gas-atomized Alloy625 powder.

5.2.2 粉末成形材の特性評価方法(1)固化成形方法

熱間押出し法による粉末の成形手順を管材料の場合について Fig.5-3 に示す. 棒材も同様である.供試粉末を外径 67mm,肉厚 2mm,全長約 180mmの軟鋼製ないしはステンレス 鋼製容器に充填し,真空脱気しつつ 400 ℃に 3600s 保持したのち,封口した.これに種々 の条件のもとで熱間押出しを施して棒材を作製し,所定の熱処理を施して実験用試料を作 製し,押出し成形条件の違いによる粉末材の特性を検討した.ここで押出し前の加熱は 1150 ℃付近で行い,押出し比は約 3 ~ 12 とした.なお押出し比は押出し前後における素 材の断面積比とした.

また,押出しをせずカプセルに充填した粉末を圧縮成形した試料(押出し比 1.0 と見な す)ならびに 1200 ℃ -200MPa-1hのH I P処理を施した試料も作製した.



Fig.5-3 Flow diagram for the P/M tubular manufacturing process.

(2) 機械的特性の評価方法

熱間押出し法によって作製した Allov625 粉末材の機械的特性を評価する場合には、次に 示す(A)条件の熱処理を施し、耐食性を評価する場合ならびに 5.5 節に後述する試作管に ついては (B) 条件の熱処理を施した.この (B) 条件は母材の低合金鋼の特性発現を考慮し たものである.

(A)1200°C x 600s 水浴

(B) 980 ℃ x1800s 水冷さらに 700 ℃ x2400s 空冷

ここで、JIS Z 2201 に規定された外径 6mm の丸棒試験片を引張方向が押出し方向と一致 するように採取して引張試験に供するとともに、JIS Z 2202 に規定された4号試験片を衝 撃方向が押出し方向と直交するように採取して衝撃試験に供した.

(3) 耐食性の評価方法

粉末押出し材の耐食性についてはさまざまな視点から評価する必要があると考えられる が、ここでは粒界腐食特性をJISG0573のヒューイ試験で評価するとともに、模擬サワー ガス環境下でのSCC発生を評価するため、Fig.5-4(1)に示す試験片を用いて、次の(C)に 示す腐食環境の下で SSR(Slow Strain Rate) 試験を実施するとともに、5.5節に後述する試作 クラッド管の高合金部から Fig.5-4(2) に示す試験片を切り出してUベンドに曲げ、次の(D) に示す腐食環境の下でのSCC発生有無を一ヶ月ごとに観察して評価した.

(C)204 °C 0.81MPa H 2 S,25%NaCl+0.5%CH 3 COOH 歪速度 e=4x10⁻⁶ 1/s

(D)177℃および232℃

1.11MPa H 2 S,1.11MPa CO 2 ,25%NaCl+0.5%CH 3 COOH

ここで SSR 試験は不働体皮膜を機械的に破壊したのちの SCC 亀裂進展の有無を評価し、 Uベンド試験は不働体皮膜の化学的破壊に対する抵抗性および SCC 亀裂発生を評価する.



(1) SSRT

Fig.5-4 Specimens for the corrosion tests.



(2) Single U bend

5.3 粉末押出し成形材の特性

粉末押出し法は他の粉末固化成形プロセスと異なって,不活性雰囲気下で粉末に大きな 変形を与えながら緻密化をさせることが特徴である.このことから押出し比が成形材の特 性に与える影響を調査した.

5.3.1 密度および引張・衝撃特性

Table 5-2 に押出し成形材の密度を水浸法によって測定した結果を示す。成形材の密度は 押出し比によらず溶製材での測定値とほぼ同一の値であった。さらにミクロ組織観察にお いても空孔は認められないことから、СІР-押出し法によって粉末層は完全に緻密化す ることが確認できた.

	Table 5-2 Density	of hot-extruded powder	material.
_	Extrusion ratio	Density(kg/m ³)	Appendix
	1	8430	
	3.1	8420	
	4.8	8440	
	7.8	8430	
	12.2	8450	
	7.8	8420	Wrought material



Fig.5-5 Effect of extrusion ratio on mechanical properties for powder consolidated Alloy625.

Fig.5-5 は押出し比の異なる粉末押出し材の機械的特性を評価した結果である. 同図に示 すとおり、強度は押出し比によらずほぼ一定の値を示し、延性は押出し比1に相当する粉 末の等方的な圧縮成形材では押出し材に比べて低かったが、押出し比が3より大きいとほ ぼ同じ値を示した. 衝撃吸収エネルギーについても延性と同様であるが、押出し材に比べ た圧縮成形材の特性値の劣化が大きかった。

5.3.2 押出しに伴うPPBの変化挙動

Fig.5-6に HIP 成形材と押出し成形材のミクロ組織を示す. HIP 成形材には PPB(旧粉 末粒界)の残存が明瞭に観察できる.これに対して押出し材では PPBを越えた粒成長が 観察されるとともに結晶粒径が HIP 成形材に比べて大きい. 押出し加工における据え込み 状態の材料は HIP 材の組織に近いと考えれば、 PPBを形成する粉末表面の酸化物などが 押出し加工の進行とともに分断されることにより, PPBを越えた粒成長を起こすと推定 される. すなわち押出し加工による粉末の大きな変形が粉末の接合に大きな役割を果たし ており、Fig.5-5 に示した押出し比の増加に伴う延性ならびに衝撃値の向上をもたらす要因 と考えられる.

これに関して大橋ら。6)は押出し加工によって伸ばされるPPBの長さに対するPPBの 分断によって新たに生成した新生界面の長さの比率(分断率)を調べ、押出し比が1~約3 までの間で押出し比に対する分断率の増加が著しいことを述べている.



(a) HIPed material

(b) Extruded material (Extrusion ratio=4) Fig.5-6 Influence of extrusion on microstructure for powder consolidates.

つぎに押出し加工の進行に伴う粉末成形材の組織の変化を Fig.5-7 に示す.押出し比が 1.0 ないしは 1.3 の成形材の組織において、 PPBの近傍から微細な再結晶粒が生成して いることが観察された. さらに押出し比が増すと、旧粉末粒子の内部まで微細結晶粒が生 成して、押出し比 6.7 の場合は全断面で微細結晶粒が認められた.これに 4.2.4 項に記した "Solution anneal"とされる 1200 ℃ -10min-WQ の熱処理を施すと、Fig.5-6(b)に示したように PPBを越えて粒成長した組織を有する成形材を得た. 以上のことから、粉末材に押出し加工を施すとPPBの分断が生じ、これによってPP Bを越えた再結晶粒成長が進み、PPBがほぼ消滅するとともに延性の向上することが分 かった.

Upset zone Deformation zone(1) Deformation zone(2) Extruded material Fig.5-7 Typical microstructures for powder consolidates through hot extrusion process. - 87 -

Extrusion ratio



1.0

1.3

3.0

6.7



5.3.3 粒界腐食およびサワーガス中のSCC挙動 Fig.5-8 に押出し比の異なる粉末押出し材の粒界腐食特性の評価結果を示す.腐食減量は 押出し比の増加に従って減少し、押出し比が約8より大きいと一定値となる傾向を示した. また Fig.5-9 に模擬サワーガス環境での SSRT 結果を示すとおり, 押出し材については腐食 環境中での破断に至る時間(TTF値)と不活性雰囲気中での破断時間との比(TTF比) はほぼ 1.0 であり、応力腐食割れが認められず、かつ伸びの値も十分に高いのに対して、 押出しをせず圧縮成形した試験片については TIF 比ならびに TIF 値ともに多少小さかっ た.これらの評価結果より、試作した Alloy625 粉末の押出し材は本サワーガス腐食環境中 で十分な耐食性を有すると判定できる.またこれらの実験結果は、5.3.2項に述べた押出 しによる PPB の分断と PPB を越えた結晶粒成長によって粉末相互の接合がより強固にな る粉末成形材の挙動と一致する.





Fig.5-9 Effect of extrusion ratio on SCC behavior measured by SSRT. (TTF; Time to failure)

- 88 -

5.4 高合金粉末/低合金鋼界面の接合ならびに複層材料の同時押出し 工業製品として高合金/低合金鋼クラッド管には,溶接性ならびに強度,延性,疲労強 度等の機械的特性などの観点から,良好な界面密着性が求められる.押出し成形における 界面形成の過程ならびに成形挙動を把握するとともに, 複層材料の成形現象に与える押出 し条件の影響について検討した.

5.4.1 界面における成形挙動

実大のクラッド管における界面接合挙動の観察に替えて、高合金粉末充填層と炭素鋼と の接合挙動を詳しく観察することとし、外径 φ 50mm の S45C 丸棒 (C=0.44, Si=0.22, Mn=0.77, P=0.028, S=0.021 mass%)と外径 φ 67mm, 肉厚 1.2mm の軟鋼製円筒との環状間隙に高合金粉 末充填層を配した全長約 100mm のビレットを 1150 ℃に加熱して,熱間押出しあるいは押 出し途中においてビレットの加工操作を停止して回収した試験片(途中止め試験片)の断面 を観察した.途中止め試験片はその成形過程に応じて Fig.5-10 に示すように粉末の表面近 傍が局部的に変形して粉末層が緻密化する部分変形領域(A),粉末層および母材炭素鋼 がダイス内において変形を受ける塑性変形領域(B),成形が終了したクラッド成形材(C) の3領域に大別することができる.





composite billet

Fig.5-10 Interface bonding behavior in the coextrusion process.

(A) (B) (C) Upset zone Bimetallic material Deformation zone

押出し過程に沿った界面部のミクロ組織観察により,部分変形領域(A)では高合金粉末 が低合金鋼ビレット表面に食い込んで界面の接合性を向上させるとともに,低合金鋼表面 の酸化物を主とする膜を分断して界面の冶金的な結合を助け,良好な界面接合が得られる こと, 塑性変形領域 (B) では界面が押出し成形によって伸ばされることにより界面の凹凸 が減少すること、クラッド成形材(C)では平滑な界面が得られることが明らかとなった. 実管サイズのクラッド管においても同様の結果を確かめた.

つぎに上記の基礎試験で得られた試験片を弗硝酸に浸漬して炭素鋼部分を溶解除去して 界面に相当する高合金粉末成形層の表面形状を表面粗さ計を用いて計測した.得られた表 面プロフィルを Fig.5-11 に, 10 点平均粗さと押出し比との関係を Fig.5-12 に示す. 界面の ミクロ観察で得られた,部分変形領域(A)における炭素鋼への高合金粉末層の食い込み現 象が表面プロフィルからも確認された. さらに塑性変形領域 (B) からクラッド成形材 (C) へと成形が進行するにしたがって,界面が伸展して凹凸が減少し,最終的にはほぼ平滑な 界面が得られる挙動が確認できた.





0.000 0.380 Deformation ratio r=1Mean roughness R=20.6 µm (A) Upset zone

Fig.5-11 Change of interface profile according to extrusion process.

また粉末の食い込みを表す高合金層の表面粗さRは押出し成形の初期すなわち据え込み 状態ではR≒21µmであったものが押出し成形の進行とともに減少し、例えば押出し比 8.5 の場合はR≒ 6.3 µ mとなる. 表面粗さRと押出し比rとの関係は Fig.5-12 に示すとお り次式 (5-1) で表される.

 $\ln R = 3.0 - 0.48 \ln r$ (5-1)



20 E 10 H 5 of fb rou 1 2 1

Fig.5-12 Change of mean roughness of interface according to extrusion process.

ここで, 複層材料の押出し成形の途中において両材料に滑りが無く, その結果として断 面形状の変化が相似である場合には、押出し比rは素材の断面積比であり、素材断面の代 表寸法の平方に比例するから,押出し前にd」の大きさの凹凸は押出し比rの押出し操作 によって次のように変化することとなる.

 $\ln R = \ln d + -0.5 \ln r$ (5-2)

押出し比に対する界面の凹凸変化の係数は、式(5-1)に示すように実験によって得られた 値が 0.48 であり、滑りが無いとして求めた値 0.50 に近いことから、高合金粉末/炭素鋼 の複層材料の押出し加工において両材料間に滑りはほとんど無く, 界面せん断係数は相当 に大きな値であると推定される.

5.4.2 複層管の限界押出し比に及ぼす各因子の影響 一般に変形抵抗の異なる材料を複層して同時に押出す場合には,成形条件が適切でない と高合金のクラッド層の肉厚が変動あるいは甚だしくは破断する等の欠陥が発生すること が知られており⁷⁰⁾,内側に高合金層を配したクラッド鋼管における欠陥の例を Fig.5-13 に示す.変形抵抗が異なる材料を複層したクラッド材の成形性について、山口ら⁷⁰⁾は欠 陥の発生は変形領域における内外層界面の滑りに起因すると考え,エネルギー法によって 求めた複層材として健全に押出される圧力 Pcが、界面滑りを伴うどちらかの層のみの押 出し圧力 Ptより小さい場合に健全な押出し材を得るとする解析(エネルギー解析と呼ぶ)

- 91 -



ぶ)を行っているほか、西口ら⁷¹⁾が高合金粉末/炭素鋼の複層管についてエネルギー解 析を適用した検討を行っている. Fig.5-14 は前記のエネルギー解析を用いて,内面に高合 金材料を密着複層した管材について,同時押出しが可能な最大押出し比と界面のせん断係 数との関係を計算によって求め、変形抵抗比をパラメータとして示したものである.計算 に用いたビレット諸元,押出し条件等は同図内に示すとおりである.ここで用いた変形抵 抗比 k, 界面せん断係数 m の定義をそれぞれ (5-3), (5-4) 式に示す。

Fig.5-14 に示した計算結果から,界面せん断係数が大きく押出し時に複層管の界面が滑 りにくいほど、また変形抵抗比が小さいほど、成形可能な限界押出し比は増大することが 分かる.

 $k = \sigma_{inner} / \sigma_{outer}$ (5-3)

ここでσ_{inner}:内層材の降伏応力(N/m²) σ_{outer}:外層材の降伏応力(N/m²) $m_i = \tau_i / (\sigma_{outer} / \sqrt{3}) \quad (5-4)$

ここでτ:界面の摩擦応力(N/m²)

ここで、5.3節に記したように高い特性を有する粉末成形材を得るには押出し比>8が 必要であるとの検討結果に鑑み、Alloy625などの高合金材料と炭素鋼ないしは低合金鋼と の複層管について Fig.5-14 中に記したビレット条件のもとで押出し比を約 11 として熱間押 出しを行った場合の高合金クラッド層の欠陥有無を Fig.5-15 に示す. 押出し温度が 1150 ℃ より低く変形抵抗比が約2.8より大きい場合には必ず欠陥が発生したが、押出し温度が 1200℃で変形抵抗比が約2.4の場合には欠陥が認められないかあるいはきわめて軽微とな った.この実験結果から変形抵抗比 2.4 における同時押出し可能な最大押出し比を約 11 と見なすと Fig.5-14 から本条件の界面せん断係数は約 0.3 と読みとれる.



Fig.5-14 Effect of the interface shear coefficient on the coextrusion of clad materials.





(a):Cracks in an inner layer which appear periodically in a longitudinal direction. (b):Surface defects caused by incomplete consolidation of powder particles. (c):Sound product (without defects)

(a)

(b)

(c)

Fig.5-13 Typical defects occurred in clad-tubing.





さてビレットの加熱温度の誤差を考慮すれば 1200 ℃では Alloy625 に液相発生の危険性が あることから工業的には加熱温度の上限を越えている. そこで本例の粉末複合ビレットで は Fig.5-16 に示すように、外面の低合金鋼側が内面の Alloy625 層よりも 75℃低温になるよ うな加熱操作を施すことによって低合金鋼の変形抵抗を相対的に大きくすることにより, 高合金層の中心温度が1150℃においても変形抵抗比を等温の場合の約2.8から約2.2に低 減して,押出し比が11の場合についても高合金クラッド層に割れや肉厚変動の無い健全 な複層管を得た.



Fig.5-16 Reduction in flow stress ratio by decreasing the alloy temperature for bimetallic material.

- 94 -

5.5 高合金粉末/低合金鋼クラッド管の実製造装置による試作

前節に述べたとおり, 高合金粉末/炭素鋼複層材料の熱間押出しにおける接合界面の挙 動として粉末が炭素鋼に食い込むこと、界面に滑りが無いことが明らかになるとともに、 変形抵抗比を減少すべく低合金鋼が高合金層より低温となる加熱操作を施すことによりク ラッド部に欠陥が無く同時押出しが可能なことを明らかにした.

実管の作製については、粉末ビレットを作製してCIP処理を施し、気密検査したのち、 ユジーン・セジュルネ式熱間押出し設備を用いて実施した.

5.5.1 試作方法ならびに特性評価方法

実生産設備を用いた粉末クラッド管の製造工程は Fig.5-3 に示したとおりである.まず 外径 208mm, 内径 150mmの低合金鋼母材の内側にこれと同心となるように内径 85mmの 軟鋼製の薄肉円筒を配し、底部を炭素鋼製円板で密閉して中空ビレット構造に組み立てた. 他方の端部から低合金鋼母材とカプセルとの間の環状間隙に供試 Alloy625 粉末を充填した のち、底部と同様の円板を取り付けて気密構造に組み立てた、この複合ビレットに、CI P装置にて約430MPaの等方静水圧を加えて粉末層を圧縮成形し、高密度化した、前記の 円板の一部を開口して、粉末充填層を真空脱気したのち、再び封口して1150℃に加熱し て、押出し比 10.7 で熱間押出しを施して外径 98mm, 内径 81mm, クラッド厚さ 3.5mmの クラッド管を試作した、押出し素管の内面に密着している軟鋼製のカプセルは酸洗によっ て除去した.これを低合金鋼の特性を発揮するよう 5.2.2 項 に述べた (B)の熱処理を施し たのち、試験材を採取した.

押出し管の寸法精度については定常部から試験材を切り出し,その横断面および縦断面 についてクラッド層の厚さ、管の外径、内径、肉厚を測定した.

機械的特性は、母材の低合金鋼から弧状試験片の軸方向が管軸方向と一致するように採 取して評価試験を行った. クラッド部と母材の密着性については, 界面強度, 偏平試験な どを行った、クラッド層である Allov625 部分の耐食性については、SSR試験を Fig.5-4(1) に示す試験片を用いて 5.2.2 項 に述べた (C) 条件で, Uベンドの浸漬試験を Fig.5-4(2) に示 す試験片を用いて 5.2.2 項 に述べた (D) 条件でそれぞれ実施した.

5.5.2 試作管の特性評価

(1) 熱間押出し後の試作管の外観

Fig.5-17の概略図に示す実生産設備を用い、粉末法によるクラッド管の熱間押出しを実 施した状況を Fig.5-18 に示す.ここで(1) はクラッド部の健全な複層管が得られた場合を示 しており、カプセルを酸洗除去したのち、目視観察したところ割れあるいは傷などの欠陥 は認められなかった.比較例として同図の(2)に内層の高合金部の肉厚が著しく変動し一 部破断した管が得られた場合を示す.

(2) 寸法,形状,マクロ組織

試作したクラッド管の Allov625 層から試験片を採取し、水浸法で測定した密度は 8430 kg/m³であり、前記の溶製材の値ならびにラボ押出し材の値にほぼ等しい、さらに試作 管の粉末成形高合金部をミクロ組織観察した結果、空孔は認められなかったので粉末層は 完全に緻密化されることが確認できた.

Fig.5-19は試作管構断面のマクロ組織を, Fig.5-20は縦断面に沿った界面のミクロ組織を 示す,試作管のクラッド部分は均一な肉厚でありかつ真円度もとくに問題は無い,また, 界面はほぼ平坦であり、近傍にはとくに問題となる異常層は認められなかった。

(3) 界面および母材の特性

試作管のクラッド部すなわち Allov625 部分ならびに母管部すなわち2 1/4 Cr-1 Mo 低合金鋼部分の化学分析結果を Table 5-3 に示す. クラッド層は UNS N06625 の成分範囲にあ り、母層は API6A の Low Allov Steel の成分範囲にあり、ともに規格値を満足している。母 管部の引張試験結果ならびに衝撃試験結果を Table 5-4 に示す.強度,延性とも十分な特性 値を示しており、API GradeX-75の基準値を満足している.また衝撃特性値も良好である.



Fig.5-17 Outlook of hot extruding facility.

ンドレル マンドレル ラム シリンダ ///////





(b)cracks in logitudinal direction (a)no obvious defects Fig.5-18 Outlook of hot extruded P/M clad pipe.



Fig.5-19 Macro structure of the trially produced P/M clad pipe.



Table 5-3 Chemical composition of the clad pipe. (mass%)										
	С	Si	Mn	Ni	Cr	Мо	Nb	Fe	0	N
Liner A625	0.005	0.45	0.47	59.7	21.0	8.88	3.63	3.46	.01	.045
UNS N06625	< 0.1	< 0.5	<0.5	>58	20-23	8-10	3.15-4	.15 <5		
Substrate 2 1/4Cr-1Mo	0.079	0.25	0.4	0.03	2.1	0.89		bal.		
UNS K21590	< 0.15	< 0.5	0.3-0.6	1	.9-2.6	0.87-1.1	3	bal.		

		(1) Tensile	e test	-
	0.2% Offset proof stress		Tensile strength		Elonga- tion
	(MPa)	(ksi)	(MPa)	(ksi)	(%)
	624	90.7	719	104	23
Grade X-75		>75	_	>100	>17
Table 5-4 (continu	ued) (2) Impact	properties	(5mm x	10mm x 2mmV)
	<u> </u>		-30 °C		0
			105 J		

Tempering: 700 °C for 1800 s followed by air cooling

つぎに、界面の特性を調査するため種々の特性評価を実施した結果を Table5-5 にまとめ て示す.界面引張強度,界面せん断強度とも十分に高い値を示している. Fig.5-21 に示す 偏平試験ならびに Fig.5-22 に示す側曲げ試験においても界面の剥離は全く認められなかっ た.

Fig.5-20 Interface microstructure of the trially produced P/M clad pipe.

Table 5-5 Results of the interface bond evaluation.





Liner : No crack Substrate : No crack Interface : No debond

Fig.5-21 Outlook of flatening test results.



Fig.5-22 Outlook of bending test results.

- 99 -

es	Results		
Tension	Tensile strength 725 MPa		
Shear	Shear strength 425 MPa		
apression	No interface debond No cracks		
Bending ⇒	No interface debond No cracks		

Liner : No crack Substrate : No crack Interface : No debond
(4) 高合金ライナー部 (Alloy625 クラッド部) の耐食性 Table5-6 は模擬サワーガス環境で、クラッド層部のSSR試験を実施した結果を示す. 腐食環境中での破断に至る時間は不活性雰囲気中での破断時間とほぼ同一であり、応力腐 食割れが認められないこと,かつ伸びの値も十分に高いことから,試作管の本腐食環境中 での耐食性は十分に高いことが判明した. さらに, Uベンドの6ヶ月間の浸漬試験におい ても、Table5-7に示すように応力腐食割れならびに孔食とも発生していないことから、試 作管はサワーガス環境で十分な耐食性を有することが確認できた.

以上の結果から粉末押出し製管法による Alloy625 を 2 1/4 Cr-1 Mo 低合金鋼管の内 側に複層化したクラッド管は低合金鋼本来の高強度と Alloy625 の高い耐食性を兼ね備えた 新素材であり,過酷な腐食環境にある油井のラインパイプあるいは化学工業用配管等に適 用できるものと期待される.

	Table	5-6 SSR	test results	at 204 °C.		_
Inert		Hostile *)			Ratio (Hostile/Inert)	
TTF (h) **	*) RA(%)	TTF(h)	RA (%)	SCC	TTF (-)	RA (-)
35.1	52.0	35.6	53.7	No	1.01	1.03
*) 204 °C	0.81MPa H 2 S	25%Na	Cl+0.5%CH	з СООН	e=4 x 10	- 6
**) TTF. Ti	me to failure					

Table 5-7 Result of sin	ç
Temp (°C)	
177	
232	

*) Atmosphere: 1.11MPa H 2 S, 1.11MPa C

**) Immersion time: 4320 (h)

gle U-bend SCC test.	SCC test.	e U-bend	gle
----------------------	-----------	----------	-----

9	SCC
	No
	No
CO 2	25%NaCl+0.5%CH 3 COOH

5.6 結 言

本章では、粉末押出し材料の基本的な特性を把握するため、押出し比を種々変更して Aloy625 粉末の押出し棒材を作製し、その機械的特性および耐食性を調査するとともに粉 末界面での固化成形挙動を検討した.また Aloy625 粉末 と低合金鋼との接合界面の状態 を検討し、高合金粉末と低合金鋼との界面密着性に優れたクラッド材料を熱間押出し法で 製造する基本製造技術を検討した.得られた主な結果は次のとおりである.

- 1. CIP-押出し法によって粉末層は完全に緻密化し、成形材の密度は溶製材と同一であり、組織に空孔は認められなかった。
- 約末成形材の強度は押出し比によらずほぼ一定の値を示し、延性および衝撃吸収エネル ギーは押出し比が約3より小さいと減少した.熱間押出しによる延性向上は、粉末表面 を覆っている酸化物等が押出しの進行に従って分断されることにより PPB を越えて結 晶粒の成長が促進されることが要因と考えられる.
- 3. 腐食減量は押出し比の増加に従って減少し,押出比が約8より大きい場合に一定値となった.また模擬サワーガス環境でTTF比はほぼ1.0であり,応力腐食割れも認められず, 伸びも十分に高い値を示した.
- 4. 高合金クラッド部と母材炭素鋼との接合について、高合金粉末が炭素鋼ビレット表面に 食い込んで界面の接合性を向上させるとともに、炭素鋼表面の析出物を分断して界面の 冶金的な結合を助けるため、良好な接合界面が得られることを明らかにした. またエネルギー解析を用いて、内面に高合金材料を密着複層した管材について、界面せ ん断係数および変形抵抗比の値から、同時押出しが可能な最大押出し比を求めるチャー トを作成した.
- 5. CIP-押出し法による高合金クラッド鋼管の製造方法を検討し、Alloy625を内面に密 着・複層化した21/4Cr-1Mo低合金鋼管を実生産設備を使って試作した.このとき内面 に高合金層を有する複合ビレットでは、外面の低合金鋼が内面のAlloy625層よりも低温 になる加熱操作を施すことより変形抵抗比を低減する改善を加えた.

試作管の界面は冶金的に結合しており、十分な密着性を有していることを明らかにした. 試作クラッド管は API GradeX75 に規定する強度を満足するとともに、高温の模擬サワー ガス環境においても十分な耐食性を有することを明らかにした. 第6章

結 論

第6章 結 論

金属材料に要求される性能はますます高度になってきており、成分ならびに加工法の改 良とともに、必要性能を満足する材料の複合化がさかんに行われている、そのなかで、優 れた耐食性とともに十分な強度を有する管材料が高温で腐食性が高い環境の油井プラント 用あるいは化学工業用の配管、またエネルギープラントの熱交管などの用途向けに求めら れている.このような素材の需要に対して、高強度低合金鋼に耐食性の優れた高合金を密 着・複合化したクラッド材料が有望であるが、一般に高合金は難加工材料であり、変形能 が劣るうえに変形抵抗が高いことから製造が困難であるうえに、その加工性が低合金鋼と は大きく隔たっていることから、高合金管・棒の製造に用いられる熱間押出し法によるク ラッド製品の製造は実質的に不可能であった.

そこでニアネットシェイプ成形と成分偏析抑制という粉末冶金法の利点に着目して、高 合金粉末/低合金鋼の複層ビレットに熱間押出しを施してクラッド管を製造することを試 みた、ここで用いられる高合金粉末には、予熱工程で焼結が十分に進行するよう微粒であ ること、ならびに表面が清浄で内部にガスを含有しないことが求められるとともに、成形 加工法には、高合金粉末と低合金鋼で構成されるクラッド材料を押出し成形できるととも に、粉末成形層が所定の特性を示すような加工条件を明らかにすることが求められる.

上述の要請に応えるため、粉末製造については微粉末を高効率で生成するのに適したア トマイズノズルの諸元ならびに運転条件を検討するとともに、粉末表面の汚染および内包 されるガス成分を抑制できる粉末製造条件について検討を加えた、また複層ビレットの成 形加工については、高合金/低合金鋼の密着二重管を同時押出しできる成形加工方法なら びに粉末の固化成形層が所定の特性を発現する成形加工条件を検討した.

以下,得られた結論を示すと次のとおりである.

第1章は緒論であり、本研究の意義と目的および本研究に関連する既往の研究ならびに 本研究の概要を述べている.

第2章はガスアトマイズ操作の噴霧安定性ならびにガスアトマイズノズルが生成するガ ス噴流に関する研究結果について述べている. すなわち,供試アトマイズノズルが生成す るガス流れ場をシュリーレン法によって可視化するとともに, 溶湯の噴霧状況の観察から, 吹き上げ現象の検討に必要なガス流動特性を検討した. その検討結果を用いて, 溶湯供給 管の出口と下方域における圧力変化挙動あるいは溶湯供給管とガス噴射器との環状間隙部 のガス流れ特性に与えるアトマイズノズル諸元の影響を検討し、吹き上げの要因を検討し た. また, 溶湯供給管の出口近傍に負圧域が生成する機構についても検討した. つぎに, 幾何焦点周りのガス流速分布とアトマイズノズルの諸元ならびにガス噴射条件との関係を 検討し、とくに吹き上げを発生しない安定した噴霧と高流速ガス流れを両立する条件を検 討した.

はじめに、独立した円孔から噴射したガスジェットを逆円錐状に形成し溶湯供給管をガ ス流れに突き出した供試アトマイズノズルでは、噴射ガスジェットは幾何焦点近傍で合流 して垂直下向きに流れ、一部は幾何焦点近傍から逆流したのちガスジェットに巻き込まれ る渦流れを形成すること、この渦流れは溶湯供給管の突き出し長を減じると大きくなって、

逆流ガス流れが強くなり管端の圧力が高くなることを示した. 溶湯供給管から流出した溶湯は、溶湯供給管の下方に形成されたガス渦流れの影響を受 けて, 溶湯供給管の端面上を水平方向に移動するとともに逆円錐状領域に広がったのち, 幾何焦点近傍で粉化されること、このとき溶湯供給管の突き出し長が少なく逆流ガス流れ が強いと溶湯流から分裂した溶滴が溶湯供給管の外周部に付着して成長しノズル閉塞を発 生させることを明らかにした、また、噴射角度が 50°より大きい場合、溶湯供給管の出 口近傍に負圧域が生成されるとともに、溶湯供給管の外周を吹き上がるガス流れも発生し、 暗射ガスの一部はアトマイズに有効に使われない傾向があることを示した。

いっぽう溶湯供給管出口での負圧生成は溶湯供給管を回避するガス流れの加速で説明さ れ、ガス噴射条件ならびにガス噴射孔と溶湯供給管の位置関係等で決定される溶湯供給管 の端部近傍の局所的なガス流れの状態で規定され、溶湯供給管の径あるいはアトマイズノ ズル上部の流通状態には影響されないことを見いだした.

また供試アトマイズノズルでは、噴射ガスジェットは幾何焦点近傍で合流して垂直下向 きに流れ、幾何焦点から下方約 50mm 以上の区間で著しい流速減衰は認められないこと、 · 噴射角度αが50°より小さいアトマイズノズルでは溶湯供給管の突き出し長を増しても、 幾何焦点周りの噴射ガス流速の減少は大きくないが、αが65°より大きい場合は溶湯供 給管の突き出し長を増すと幾何焦点周りの噴射ガス流速は著しく減少し, 溶湯供給管出口 に適正な負圧を生成し、かつ吹き上げを発生しない突き出し長においては低流速となるこ とが分かった.

さらに、噴射ガス流量が同一の場合、噴射ガス圧力を高くしても幾何焦点周りの流速は 増加しないこと、アトマイズノズルの噴射孔を溶湯供給管に近づけることにより幾何焦点 周りのガス流速は大きく増加するが, 溶湯供給管の突き出し長に対する溶湯供給管出口圧 力の変化が大きくなるため,適切な負圧を生成する溶湯供給管位置の許容範囲は限定され ること、アトマイズノズルの噴射孔をテーパ形状にすることにより、幾何焦点周りの流速 はやや双峰状となって辺縁部で多少増加するが,ガス流れは溶湯供給管の影響を受けやす く、流速分布の偏りと流速低下が生じることを示した.

第3章においてはガスアトマイズにより生成する金属粉末の粒度特性に関する研究結果 について述べている. すなわち、ガスの運動エネルギーが粉末表面エネルギーに部分的に 変換されるとして導いたモデル式から、アトマイズ粉末の平均径に対して噴射ガスの平均 流速, 溶湯/ガス流量比, ウェーバー数が影響を与えると分析し, 実験によってそれらの 影響を検討した.また,高角度でガス噴射した場合に得られる凹形ガス流速分布の場合を 例としてガス流速分布が粒度分布に与える影響を検討した. はじめに, 噴射ガス流量ないしは溶湯流量の一方をほぼ同じ値のまま他方を変化させて 生成したアトマイズ粉末のメジアン径は、溶湯とガスの質量流量比 MI/Mg に対して同一の 直線で相関できることを示した.

つぎに、ガス噴射孔と溶湯供給管との距離が異なるアトマイズノズル、噴射角度が高い アトマイズノズル、噴射孔がテーパ形状のアトマイズノズルを用いて生成したアトマイズ 粉末のメジアン径は、各アトマイズノズルの幾何焦点における平均ガス流速に反比例して 減少すること, 噴射孔径を調整して異なる噴射圧力でも流量が同じとなるようにガス噴射

した場合には、ほぼ同じ平均粒度の粉末が生成されることを示した.

また,アトマイズノズルにより生じるガス流れの流速分布が凹形の場合は,通例の凸形 流速分布の場合に比べて生成する粉末の粗粒分率が高いこと,アトマイズ操作によって生 成した粉末全体の粒度分布が,アトマイズが行われる各部分についても適用できると仮定 すればガス流速分布から計算した粒度分布は実験結果と定性的に一致し,粒度分布はガス 流速分布と強く関連することを示した.

第4章においては粉末表面の性状および粉末に含有される噴霧媒体ガスに及ぼすアトマ イズ粉末の生成条件の影響ならびに両者の成形材特性への影響に関する研究結果について 述べている.すなわち,Arガスアトマイズ粉末のAr量と粒内ポロシティーとの関係なら びにAr量とアトマイズ条件との関係を検討するとともに,噴霧媒体ガスが粉末成形材の ミクロ組織に与える影響を検討した.また,粉末冷却速度を変化させてN₂アトマイズ法 にて高Ni合金粉末を生成し,粉末表面の酸化物・水酸化物ならびに水分との関連を検討 した.またアトマイズ粉末表面の酸化物・水酸化物が成形材の特性に及ぼす影響ならびに TIG試験を用いた定量的評価方法を検討した.

はじめに、Arガスアトマイズ法で生成した粉末に含まれるAr量は微粒子の場合ほど減少するが、22μm以下の微粉末の場合も約0.5mass-ppm(0.00005mass%)のArを含有すること、粉末断面のポロシティーと粉末Ar量には明確な相関が認められること、溶湯とガスの質量流量比Mi/Mgが大きいほど粉末Ar量は減少するが、Mi/Mg>0.8 ではAr量低減が飽和することを見いだした.

また, Ar アトマイズ粉末の熱間押出しによる成形材には気孔欠陥が認められたが,引 張特性は溶製材とほぼ同等であることを示した.

つぎに,粉末水分は加熱温度が約500℃ まで脱離が認められ,急冷粉末と徐冷粉末と で差異は認められないこと,水分分析値は粒度に反比例するため,水分は表面吸着してい ると見なせることを示した.

徐冷 Alloy625 粉末の表面には急冷粉末に比較して多量の Ni (OH) 2, Cr2O3, Nb2O5 が認め られ,アトマイズ粉末温度が 400 ℃より高いとT I G試験において溶接金属中に多量の ブローホールが発生すること,急冷粉末については,これらの水酸化物,酸化物と各金属 元素の比率に粒度による差異は認められないことを示した.また,溶製法で作製した Alloy625 中の Cr2O3, Nb2O5 溶射層からはビードオン溶接によってブローホールが発生し, Alloy625 粉末の表面に存在するこれらの酸化物がブローホールの原因であることを確かめ た.

さらに、N₂アトマイズ法で生成した急冷粉末をカプセル充填・温間脱気したHIP成 形材には溶接金属中にブローホールは認められなかったが、常温脱気を施した急冷粉末あ るいは温間脱気を施しても徐冷粉末の成形材ではブローホールが発生すること、また成形 材に気孔欠陥は認められず、窒化物の析出によって多少の延性低減・硬質化が起こること を示した.

第5章においては粉末成形材の組織と粉末性状,成形条件との関係ならびに粉末押出し 法による高合金クラッド材料の加工に関する研究結果について述べている.すなわち,粉 末成形材のマクロ組織、ミクロ組織に及ぼす成形条件ならびに粉末性状の影響を検討する とともに、機械的特性・耐食性・熱間加工性など粉末成形材の特性評価結果を述べた. はじめに、CIP-押出し法によって粉末層は完全に緻密化し、成形材の密度は溶製材 と同一であり、組織に空孔は認められないこと、粉末成形材の強度は押出し比によらずほ ぼ一定の値を示し、延性および衝撃吸収エネルギーは押出し比の低減に伴ってわずかに減 少することを示し、熱間押出しによる延性向上は、粉末表面を覆っている酸化物等が押出 しの進行に従って分断されることによりPPBを越えて結晶粒の成長が促進されることが 要因であると考察した.

また,腐食減量は押出し比の増加に従って減少し,押出比が約8より大きい場合に一定 値となること,模擬サワーガス環境でTTF比はほぼ1.0であり,応力腐食割れも認めら れず,伸びも十分に高い値を示すことを明らかにした.

つぎに,高合金クラッド部と母材低合金鋼との接合については,高合金粉末が低合金鋼 ビレット表面に食い込んで界面の接合性を向上させるとともに,低合金鋼表面の析出物を 分断して界面の冶金的な結合を助け,良好な界面接合が得られることを明らかにした.ま たエネルギー解析を用いて,内面に高合金材料を密着複層した管材につき,界面せん断係 数および変形抵抗比の値を与えて,同時押出しが可能な最大押出し比を求めるチャートを 作成した.

これらの結果を使って、CIP-押出し法により、Alloy625を内面に密着・複層化した 2 1/4Cr-1Mo低合金鋼管を実生産設備を使って試作した.このとき内面に高合金層を有す る複合ビレットでは、外面の低合金鋼側が内面のAlloy625層よりも低温になる加熱を行う ことにより変形抵抗比を低減するための改善を加えた.試作クラッド管の界面は冶金的に 接合しており、十分な強度と密着性を有していること、また試作管はAPI Grade-X75 に規 定されている強度を満足するとともに、高温の模擬サワーガス環境においても十分な耐食 性を有することを確認した.

以上のように、本研究はガスアトマイズ法による粉末製造において発生する溶湯吹き上 げ現象を解明して安定噴霧条件を求め、アトマイズノズルの諸元およびガス噴射条件と生 成粉末粒度との関係を求めるとともに、高Ni合金粉末の表面および内部のコンタミネー ションと粉末製造条件との関係ならびに高合金粉末および低合金鋼との界面における成形 現象を解析して粉末/溶製材クラッド材料を作製する適正条件を求めることにより、高合 金クラッド鋼管の製造に大きく貢献する知見を得ることができた. すなわち、著者の研究成果を用いたCIPー押出し法により、高Ni合金粉末を低合金 鋼管にクラッドした複層鋼管が熱間押出しの実製造設備を用いて作製され、十分な強度・ 耐食性を示すことが確認されたことから、高合金クラッド鋼管の製造にCIPー押出し法 が有用であることが実証されるとともに、ガスアトマイズ法の噴霧安定性ならびに微粉末 の収率向上も達成された.これらの点において、著者の研究は工業上の寄与を十分に果た すものと考えられる. 参照文献

1)日本粉末冶金工業会年報(H7年度)

- 2) J. M. Capus: Metal Powders~A global survey of production, application and markets(1993), p. 113 [Elsevior Advanced Technology].
- 3) C. Turnberg: TUBE INTERNATIONAL (March-1987), pp. 41-43. およびA. Muggeo, G. Pitois and D. Vuillaume: Proc. 1986 International Powder Metallurgy Conference and Exhibition. pp. 339-342.

4) 生井武文, 松尾一泰: 圧縮性流体の力学(1977), pp. 41-98 [理工学社].

- 5) 児島忠倫, 松岡祥浩:日本機械学会論文集(B編) Vol. 52, No. 477 (1986), pp. 2021-2027. 6) 児島忠倫, 松岡祥浩:日本機械学会論文集(B編) Vol. 53, No. 495(1987), pp. 3146-3151. 7) 児島忠倫, 松岡祥浩:日本機械学会論文集(B編) Vol. 54, No. 502(1988), pp. 1286-1291. 8) 永井實:日本機械学会論文集(B編) Vol. 48, No430(1982), pp. 998-1007.
- 9)望月博昭, 宮里義昭, 佐藤義智, 山口裕史, 松尾一泰: 可視化情報, Vol. 11, No. 2 (1991), pp. 35-38.
- 10) A. Unal: Physical Chemistry of Powder Metals Production and Processing ed. by W. M. Small (1989), pp. 201-228[TMS].
- 11) 児島忠倫, 松岡祥浩:日本機械学会論文集(B編) Vol. 54, No. 503 (1988), pp. 1560-1566. 12) 児島忠倫, 松岡祥浩:日本機械学会論文集(B編) Vol. 54, No. 506(1988), pp. 2738-2743. 13) 児島忠倫, 松岡祥浩:日本機械学会論文集(B編) Vol. 55, No. 509(1989), pp. 188-193.
- 14) 望月博昭ほか: 九州大学大学院総合理工学研究科報告, Vol. 14, No. 1 (1992), pp. 41-47.
- 15) R. S. Figliola, I. E. Anderson, D. Molnar and H. Morton: American Society of

Mechanical Engineering Heat Transfer Division, Vol. 116(1989), pp. 7-11. 16) M. K. Veistinen, E. J. Lavernia, M. Abinante and N. J. Grant: Materials Letters, Vol. 5,

No. 10 (1987), pp. 373-379.

- 17) J. C. Baram, M. K. Veistinen, E. J. Lavernia, M. Abinante and N. J. Grant: J. of Materials Science, Vol. 23(1988), pp. 2457-2463.
- 18) 関野昌蔵、山宮昌夫、西田卓彦:鉄と鋼, Vol. 67, No. 3 (1981), pp. 541-546.
- 19) S. D. Ridder, P. I. Espina and F. S. Biancaniello: Physical Chemistry of Powder Metals Production and Processing ed. by W.M. Small TMS (1989), pp. 163-173[TMS].
- 20) I. E. Anderson, H. Morton and R. S. Figliola: Physical Chemistry of Powder Metals Production and Processing ed. by W. M. Small (1989), pp. 229-249[TMS].
- 21)皆川和己,千葉健一,原田幸明:粉体および粉末冶金,Vol.40,No.12(1993),pp.1166-1169.
- 22) 武田徹, 皆川和己:粉体および粉末冶金, Vol. 38(1991), pp. 796-799.
- 23)皆川和己,千葉健一,原田幸明:粉体および粉末冶金,Vol.40,No.12(1993),pp.1231-1237.
- 24) Y. Seki, S. Okamoto, H. Takigawa and N. Kawai: Physical Chemistry of Powder Metals Production and Processing ed. by W. M. Small (1989), pp. 251-258 [TMS].
- 25)新田稔,小倉邦明,斉藤滋之,杉原裕:川崎製鉄技報,Vol.24,No.4(1992),pp.290-295. 26) 永井伸樹: 燃料協会誌, Vol. 70, No. 4(1991), pp. 288-292.

(1991), pp. 4319-4325.

27) 永井伸樹:第20回液体の微粒化に関する講演会講演論文集(1993), pp. 19-28. 28) 倉林俊雄: 機械学会誌, Vol. 89, No. 811 (1986), pp. 603-609. 29) 抜山四郎, 棚澤泰:日本機械学会論文集, Vol. 5, No. 18(1939), pp. 136-143. 30) 稲村隆夫, 永井伸樹, 平井哲郎:日本機械学会論文集(B編), Vol. 57, No. 541(1991) , pp. 3248-3254. 31) 稲村隆夫, 永井伸樹, 金永洙, 奥山将:日本機械学会論文集(B編), Vol. 57, No. 544 32) K. D. Kihm and N. Chigier: Atomization and Sprays, Vol. 1(1991), pp. 113-136. 33) 岸高寿:焼結金属に関する学術講演会概要集(粉体粉末冶金協会1982.2.23-24),アトマ イズ鉄粉の製造とその理論, (1972), pp. 19-24. 34) S. Small and T. J. Bruce, Int. J. Powder Metallurgy, Vol. 4, (1968), p. 7. 35) R. J. Grandzol and J. A. Tallmadge: Int. J. Powder Metallurgy and Powder Technology, Vol.11 (1975), p. 103. 36) H. Lubanska: Journal of Metals, February, 1970, pp. 45-49. 37) 中村泰,西田卓彦,溝口庄三,山宮昌夫:粉体粉末冶金協会講演概要集(1974-春季), pp. 10-11. 38) 福田匡, 池田浩之: CAMP-ISIJ, Vol. 3, (1990), S294. 39) E. Klar and J. W. Fesko: Metals Handbook 9th ed., Vol. 7, ed. by E. Klar et al. (1984), p. 32. [ASM, Ohio] 40) 奥野攻: 医用器材研究所報告, No. 14 (1980), pp. 1-10. 41) I. Olefjord and L. Nyborg: Modern Development in Powder Metallurgy, Vols. 18-21 (1989), pp. 93-107. 42) I. Olefjord and L. Nyborg: Powder Metallurgy, Vol. 28(1985), pp. 237-243. 43) L. Nyborg and I. Olefjord: Key Engineering Materials, Vol. 29-31 (1989), pp. 9-19. 44)L. Nyborg: Metal Powder Report, January (1989), pp. 32-34. 45) L. Nyborg, T. Tunberg, P. X. Wang and I. Olefjord: Proc. International Conference on Powder Metallurgy, Vol. 3 (1990), pp. 199-203. 46) J. E. Flinn, G. E. Korth and R. N. Wright: Proc. of the 2nd International Conference on Rapidly Solidified Materials(1988), pp. 153-162[ASM]. 47) J.E.Flinn, T.F.Kelly and W.G.Wolfer: Advances in Powder Metallurgy, Vol. 1(1990) , pp. 65-79. 48) J. E. Flinn and G. R. Smolik: Materials Science and Engineering, A124 (1990), pp. 39-48. 49) B. H. Rabin, G. R. Smolik and G. E. Korth: Materials Science and Engineering, A124 (1990), pp. 1-7. 50) 滝川博、古田誠矢、大江清美、河合伸泰、緒方和郎:粉体および粉末冶金, Vol. 33, No. 5(1986), pp. 246-250. 51) P. S. Gilman: Modern Development Powder Metallurgy, Vol. 16 (Proc. 7th International Powder Metallurgy Conference in Toronto), (1985), pp. 615-634.

- 52) F. J. Rizzo and J. Radavich: Superalloys 718, 625 and Various Derivatives ed. by E. A. Loria(1991), pp. 297-308[TMS].
- 53) J.E.Flinn, K.Shin and T.F.Kelly: Superalloys 718,625 and Various Derivatives ed. by E. A. Loria (1991), pp. 251-260 [TMS].
- 54) E. A. Loria: Superalloys 718,625 and Various Derivatives ed. by E. A. Loria(1991), pp. 837-842[TMS].
- 55) E. A. Loria: Superalloys 718,625 and Various Derivatives ed. by E. A. Loria(1991), pp. 905-912[TMS].

56) 宮坂明博, 北口三郎, 荒木敏, 野口岳雄: 製鉄研究, No. 339(1991), pp. 35-41.

- 57) F. J. Rizzo: Offshore Technology Conference (May-1989), pp. 281-287.
- 58) J. Liu, L. Arnberg, N. Backstrom, H. Klang and S. Savage: Materials Science and Engineering, Vol. 98(1988), pp. 43-46.
- 59) K. Y. Kim and W. R. Marshall, Jr. : AIChE Journal, Vol. 17, No. 3 (1971), pp. 575-584.
- 60) 金永洙, 稲村隆夫, 永井伸樹:第20回液体の微粒化に関する講演会講演論文集(1993), 日本エネルギー学会(東京), pp. 7-12.
- 61) 金永洙, 稲村隆夫, 永井伸樹:第2回微粒化シンポジウム講演論文集(1993),日本液体微 粒化学会(東京), pp. 9-14.
- 62)福田匡,中西睦夫,池田浩之:材料とプロセス,Vol.2(1989)p.378.
- 63) 大中逸雄編: 伝熱·凝固解析入門(1985), p. 326 [丸善].
- 64) L. J. Barnard: Metals Handbook 9th ed., Vol. 7, ed. by E. Klar et al. (1984), p. 181 [ASM, Ohio].
- 65)太田省三郎, 妹島五彦:現代溶接技術大系(第4巻),(1980)p.140[産報出版,東京].
- 66) 大橋善久, 中西睦夫: 住友金属, Vol. 41, No. 4(1989), pp. 503-510.
- 67) P. Flecher and R. Ruthhardt: Int. J. Powder Metallurgy and Powder Technology, Vol. 19, No. 4 (1983), pp. 259-267.
- 68) S. Jonsson: Powder Metallurgy International, Vol. 18, No. 3 (1986), p. 190.
- 69) Y. Ohashi et al. : Advanced Technology of Plasticity 1990, Vol. 2, pp. 951-956.
- 70)山口喜弘, 野口昌孝, 松下富春, 西原正夫: 塑性と加工, Vol. 15, No. 164 (1974), pp. 723 -729.
- 71) 西口勝, 平石信茂: 塑性加工学会 圧延理論部会資料 86圧理-16.
- 72) E. Klar and J. W. Fesko: Metals Handbook 9th ed., Vol. 7, ed. by E. Klar et al. (1984), p. 28[ASM, Ohio].
- 73) 生井武文, 松尾一泰: 圧縮性流体の力学(1977), p. 43 [理工学社].
- 74) 生井武文, 松尾一泰: 圧縮性流体の力学(1977), pp. 165-167 [理工学社].

No	書誌事項	関連
1	福田匡,中西睦夫,久保敏彦:"コンファインド型ガスアトマイズノズルにおける溶湯管周辺の圧力分布",鉄と鋼, Vol.82(1996),No.8,pp.665-670.	第2章
2	福田匡:"コンファインド型ガスアトマイズノズルにおけるガス流速 分布の特性",鉄と鋼, Vol.82(1996), No.8, pp.635-640.	第2章
3	福田匡,阿佐部和孝:"コンファインド型アトマイズノズルを用いて 生成した合金粉末の粒度",鉄と鋼, Vol.85(1999),No.9,pp.703-709.	第3章
4	福田匡,大橋善久,神代光一:"高Ni合金粉末・粉末成形体における 不活性ガス成分の挙動",鉄と鋼, Vol.82(1996),No.7,pp.623-627.	第4章
5	福田匡,大橋善久,薄木智亮,小川和博,神代光一:"高Ni合金アト マイズ粉末の表面性状と成形体の特性",鉄と鋼,Vol.82(1996),No.7, pp.605-610.	第4章
6	平石信茂, 福田匡, 大橋善久, 菊地諄一:"Alloy625粉末クラッド鋼 管の特性評価", 粉体および粉末冶金, Vol. 39(1992), No. 8, pp. 701-704.	第5章
7	T. Fukuda, Y. Ohashi, M. Nakanishi, M. Nishiguchi, M. Ueda, S. Azuma and J. Kikuchi: "Development of a production technique for P/M Alloy625 clad low alloy steel pipes", Superalloys 718,625 and Various Derivatives ed. by E. A. Loria(1991), pp. 793-802 [The Min- erals, Metals and Materials Society].	第5章
8	Y. Ohashi, T. Fukuda and M. Nakanishi: "Powder Deformation Analysis during P/M Clad Pipe Manufacturing Process", Advanced Technology of Plasticity (1990), Vol. 2, pp. 951-956[The Japan society for Technology of Plasticity].	第5章

本研究を遂行するにあたり,終始懇切なご指導とご鞭撻を賜った大阪大学大学院工学研 究科大中逸雄教授に深甚な謝意を表します.

さらに、本論文を作成するにあたり、数々の有益なご教示を賜った大阪大学大学院工学 研究科齋藤好弘教授ならびに永井宏教授に深く感謝いたします。

また,本研究を進めるにあたって,種々のご指導をいただいた住友金属工業株式会社 廣島龍夫氏,中西睦夫氏,西口勝氏,志田善明氏,久保敏彦氏,高井重治氏に厚くお礼申 し上げます。

さらに、本研究に関する実験に際し、ご協力と有益な議論をして下さった大橋善久氏、 平石信茂氏、阿佐部和孝氏、神代光一氏、植田昌克氏、東茂樹氏、薄木智亮氏、小川和博 氏、菊池諄一氏、松田信幸氏、松本一夫氏、森本福男氏、林昭一氏に心から感謝致します.

平成12年1月18日



