

ディスクアトマイズ法とそのFe基、Ni基、Co基粉末への適用

Fe based alloy powder, Ni based alloy powder and Co based alloy powder by using the centrifugal disc atomizing process

山本 隆久*

Takahisa YAMAMOTO

1. はじめに

近年、電子部品製造分野において、基板の高密度実装化や高性能化に伴い、基板配線技術が高度化の傾向にある。また、金属粉末を利用した成形および造形方法は多様化の傾向にあり、粉末への要求も多様化すると予測される。その一例として球形状に近い粉末には優位性があるとの報告があり¹⁻³⁾、粉末の球形状化への要求があると考えられる。そこで当社では、より球形度の高い粉末の製造を目的として、ディスクアトマイズ法に着目し、同方法のFe基、Ni基、Co基等の高融点金属粉末製造への適用を目指した研究を進めてきた。本報告では、従来のディスクアトマイズ法では困難であった高融点金属粉末製造⁴⁾の取り組みおよび得られた粉末の特徴を紹介する。

2. 粉末製造プロセスの特徴と高融点球形粉末の製造について

2.1. 各粉末製造プロセスの特徴

表1に各種製造法で作製される粉末に関する形状、生産性、合金組成に対する自由度の特徴を示す⁵⁾。粉末製造方法はアトマイズ法、回転電極法、機械的プロセス、化学的プロセスに大別される。アトマイズ法は、金属を溶解炉で溶解し、溶湯を水やガス等のエネルギーを用いて粉碎し、液滴として凝固させて粉末を得る。粉碎するエネルギーの種類によってガスアトマイズ法、水アトマイズ法、ディスクアトマイズ法等がある。回転電極法は、回転する電極表面がプラズマによって溶解され、発生する液滴を凝固させて粉末を得る方法でプラズマ回転電極法と称される。機械的プロセスは大きな粒子を粉碎することで微細な粉末を製造する方法で、粉碎法やメカニカルミリング法がある。化

表1 各種粉末製造方法の特徴

粉末製造方法		特徴		
プロセス	手法	球形状	生産性	合金組成自由度
アトマイズ法	ガスアトマイズ法	○	◎	○
	水アトマイズ法	△	◎	△(粉末の酸化)
	ディスクアトマイズ法	◎	○	△(低融点合金のみ)
回転電極法	プラズマ回転電極法	◎	×	◎
機械的プロセス	粉碎法	×	○	○
	メカニカルアロイング法	×	△	○
化学的プロセス	酸化還元法	○	◎	×
	カーボニル反応法	○	◎	×

◎:非常に優れている ○:優れている △:技術的に劣っている ×:技術的に困難

* 研究・開発センター 機能材料グループ

学的プロセスは水溶液から粒子を析出させ粉末を得る方法で酸化還元法、カーボニル反応法等がある。

表1に示す粉末製造方法のうち、高い球形状の粉末が得られる製造方法は、ガスアトマイズ法とディスクアトマイズ法、プラズマ回転電極法および酸化還元法やカーボニル反応法の一部であるが、ディスクアトマイズ法は、ディスクの耐熱性の問題から主にSnやBi等の低融点合金製造に限定される。また、プラズマ回転電極法は、生産性が電極の大きさに依存する為、量産性に乏しく、酸化還元法やカーボニル反応法等の化学的プロセスでは、合金組成の自由度が小さく一般に合金粉末の製造が困難である。ゆえに、現時点ではガスアトマイズ法が球形状の高融点金属合金粉末を量産する方法として最も優れていると考えられる。

2.2. ディスクアトマイズ法を用いた高融点球形粉末の製造プロセス開発について

ディスクアトマイズ法は、現時点ではディスクの耐熱性等の問題から低融点合金のみにしか適用されていない。上述のガスアトマイズ法と比較し、より球形な粉末が得られる特徴がある。図1にディスクアトマイズ法の概略図を示す。ディスクアトマイズ法では、ノズルから落下してきた溶湯が回転ディスクの中心に落下し、回転ディスク上に生じる遠心力により液滴が形成される。液滴は水平方向に飛散されている間に冷却され粉末となるが、雰囲気ガスの対流の影響を大きく受けずに一定方向に液滴が飛散する。その結果、液滴同士の衝突が少なく、ガスアトマイズ法と比較し球形状の粉末が得られると考えられる。図2に一例として、はんだ合金として代表的なSn-57mass%Bi粉末の外観写真を比較して示すが、ガスアトマイズ粉末には、サテライトと称される表面に付着する微粉末の存在が確認される。これに対し、ディスクアトマイズ粉末では、サテライトが少なく球形状に近い粉末となっている。ディスクアトマイズの量産機としては、はんだ合金製造用で、1バッチ数百kgレベルのものも

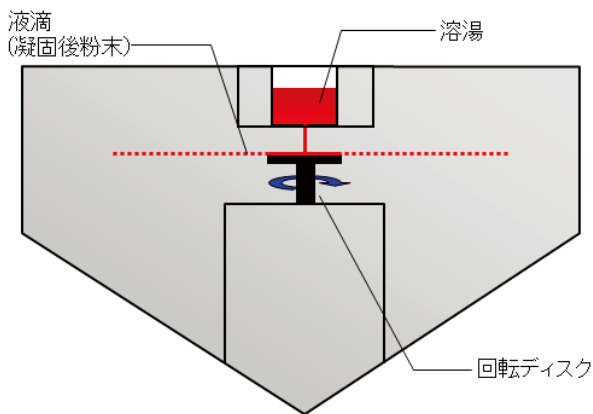


図1 ディスクアトマイズ法の概略図

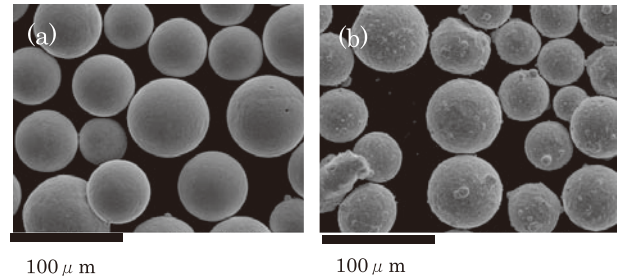


図2 Sn-57mass%Bi粉末の外観
(a)ディスクアトマイズ粉末、(b)ガスアトマイズ粉末

存在し生産性も優れていると考えられる。したがって、高融点金属粉末の製造でもディスクアトマイズ法が適用できたとすれば、高融点金属でもより球形な粉末が得られる量産プロセスになる可能性があると考えられる。そこで、当社ではディスクアトマイズ法に着目し、同方法を利用した球形の高融点金属粉末の製造プロセス開発に取り組んだ。

2.3. ディスクアトマイズ法による高融点金属アトマイズの課題

現行のディスク材質にはFe等の金属が用いられている。高融点金属でのディスクアトマイズを想定した場合、材質がFe等の金属では、耐熱性が不足している。また、Fe等では汎用性の高いFe、Ni、Co基の溶湯と反応する為、その観点からも適用が難しい。これまでにディスクアトマイズ法が高融点金属粉末製造に適用できていなかった要因として、ディスクの耐熱性、耐反応性の確保が難しいことがあり、課題であった。

3. ディスクアトマイズ法を用いた高融点金属粉末製造の取り組み結果

3.1. ディスクアトマイズ法による高融点金属粉末の製造

当社ではディスクの耐熱性、耐反応性の確保の両立が可能なディスクの開発に着目し、ディスクアトマイズ法を高融点金属粉末製造に適用可能となるようプロセス開発を実施した。ディスクの開発に際し、ディスクの材質選定や構造について見直しを行い、鋭意検討を進めた結果、これらの要素を両立可能なディスクを開発し、この度、Fe基、Ni基、Co基の合金粉末の製造に成功した。一例としてマルエージング鋼、Alloy718、AlloyNo.6組成のディスクアトマイズ粉末のSEM外観写真を図3に示す。ディスクアトマイズ法で作製した粉末はサテライトがなく、図4に示す画像解析装置から得た円形度の測定結果より、円形度が0.9～1の範囲である粉末が全体の90%以上を占めており、限りなく球に近い粉末が多数存在していることが確認された。

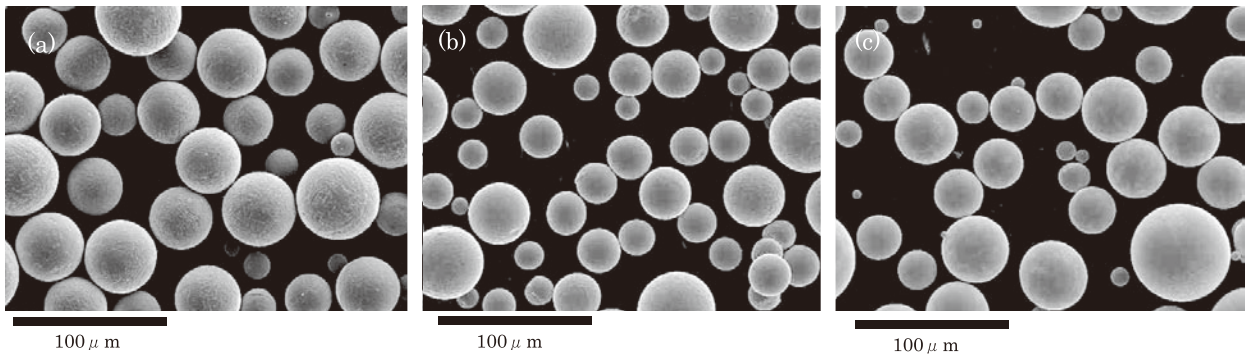


図3 作製したディスクアトマイズ粉末の外観写真(粒度-63 μm)
(a)マルエージング鋼、(b)Alloy 718、(c)Alloy No.6

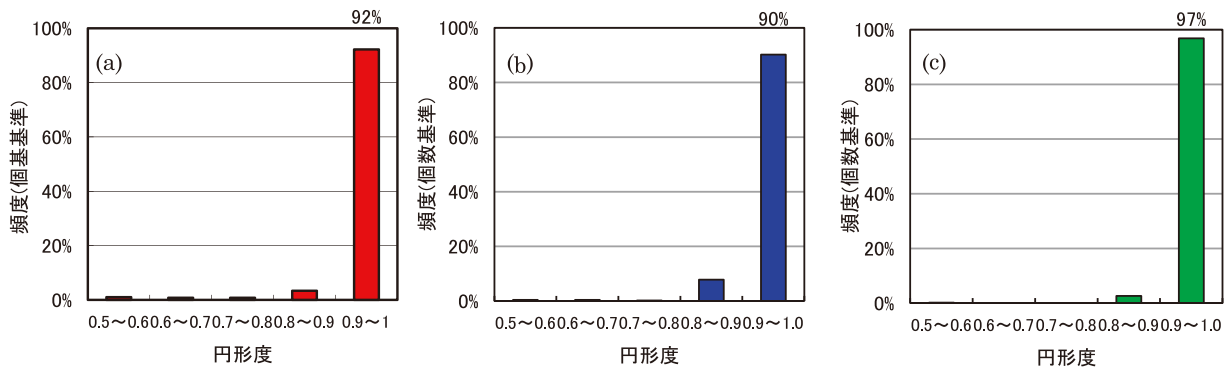


図4 作製したディスクアトマイズ粉末の円形度(粒度-63 μm)
(a)マルエージング鋼、(b)Alloy 718、(c)Alloy No.6

表2 ディスクアトマイズ法で作製した粉末のCarrの流動性指数(粒度-63 μm)

	マルエージング鋼		Alloy 718		Alloy No.6	
	測定値	流動性指数	測定値	流動性指数	測定値	流動性指数
安息角	20.0°	25.0	23.5°	25.0	30.0°	24.0
圧縮度	10%	22.5	10%	22.5	14%	21.0
スパチュラ角	36.5°	21.0	32.5°	21	34.0°	21.0
均一度	1.9	25.0	2.1	23	1.8	25.0
Carrの流動性指数	-	93.5	-	91.5	-	91.0
架橋性評価	-	A:最も良好	-	A:最も良好	-	A:最も良好

3.2. 高融点金属合金粉末の特徴

表2に図3および図4で示したマルエージング鋼、Alloy 718、Alloy No.6組成のディスクアトマイズ粉末のCarrの流動性指数⁶⁾に基づいた流動性評価結果を示す。ディスクアトマイズ法で作製された粉末は、いずれの流動性試験でも高い流動性指数が得られ、最高ランクである「最も良好」に位置づけられることから、流動性の求められる用途での効果が期待されると考えられる。また、圧縮度([かためかさ密度-ゆるめかさ密度]/かためかさ密度)も低く、タッピングなどの振動を加えなくても高い充填が可能と考えられる。

3.3. 製造される粉末粒径に関する考察

原田ら⁷⁾によればディスクアトマイズの場合、安定して粉末を製造する為には、ノズルからの溶湯流れは連続的な層流であることが必要とされている。また、ディスク先端に発生する液滴は大部分が滴状分裂に分類されており、液滴の粒径dを球体とした場合、次式で整理されるとしている。

$$d=3.25(r \omega^2)^{1/2}(\gamma / \rho)^{1/2}$$

※ γ : 溶湯の表面張力(N/m)、 ρ : 溶湯密度(kg/m³)、
r : ディスク半径(m)、 ω : ディスク角速度(rad/s)

液滴の粒径は、粉末粒径と置き換えることができ、今回ディスクアトマイズ法で作製したマルエージング鋼と比較材としてSn基合金をそれぞれ、横軸を $(r\omega^2)^{1/2}$ で、縦軸を粉末の平均粒径で整理した結果を図5に示す。Fe基のマルエージング鋼では、従来ディスクアトマイズされていたSn基合金と同じく、原田らが導出した式に従い $(r\omega^2)^{1/2}$ と平均粒径の関係が比例関係にあることが分かる。上式は溶湯流れが層流、分裂が滴状分裂であることが前提なので、Fe基のマルエージング鋼もSn基合金と同じように溶湯流れは層流で、分裂状態は滴状分裂であったと考えられる。また、 $(r\omega^2)^{1/2}$ が増加すると平均粒径が小さくなる傾向があり、Fe基のマルエージング鋼もSn基合金と同じように、ディスク大径化や回転数の上昇で微粉化の傾向にあることが分かった。しかし、同じ $(r\omega^2)^{1/2}$ の値だとSn基合金よりFe基のマルエージング鋼のほうが粗く、Sn基合金と同じ粒径を得るにはより大きいディスクの設定やディスク回転数の高速化等の製造条件の適正化が必要となると考えられる。これは、回帰線の傾きが $(\gamma/\rho)^{1/2}$ に起因しており、FeとSnで密度は大きく変わらない為、表面張力 γ の差が影響していると考えられる。

参考文献

- 1) LOU J., LI Y. M., HE H., and LI L. J. : Powder Metal, 53 (2010) , 112-117.
- 2) 菊池茂 : 溶射, 52 (2015) , 1-6.
- 3) 金安力 : 溶射技術, 34 (2014) , 69-74.
- 4) 加門謙造 : アルトピア, 17 (1987) , 17-23.
- 5) 川村誠, 大河内敏雄 : 電気製鋼, 80 (2009) , 139-145.
- 6) 粉体機器・装置ハンドブック編集委員会編 : 粉体機器・装置ハンドブック, (1995) , 37.
- 7) 原田幸明, 菅広雄 : 粉体および粉末冶金, 37(1990), 492-499.

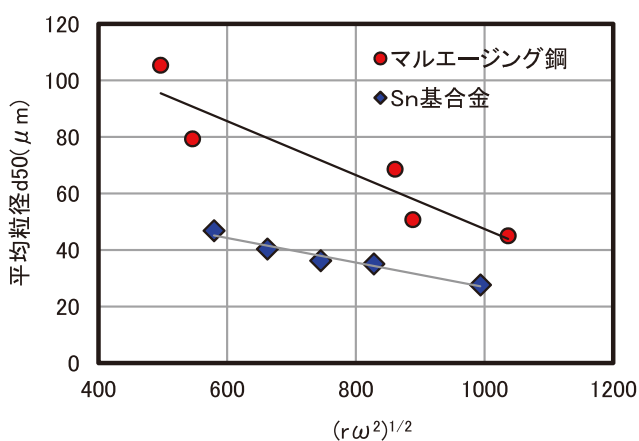


図5 マルエージング鋼およびSn基合金の粉末平均粒径と $(r\omega^2)^{1/2}$ の関係

4. まとめ

当社ではサテライトが少なく、高い球形度を有する粉末の製造研究の一環として、ディスクアトマイズ法に着目し高融点の金属粉末製造に適用させ、Fe基、Ni基、Co基合金粉末の製造に成功した。得られた粉末は高い流動性と充填性を有しており、様々な分野での適用が期待される。今後、高い球形度、流動性、充填性といった特徴を活かした用途展開を図っていくと共に、新しい用途の開発や探索を進めていく予定である。