

技術論文



Technical Paper

高圧水アトマイズジェットの形状が金属粉末の特性におよぼす影響

関本光一郎*¹, 奥村鉄平*¹, 中川知可夫*²

Effect of Jet Shape on Characteristics of Atomized Metal Powder by High-Pressure Water Atomization

Koichiro SEKIMOTO, Teppei OKUMURA and Chikao NAKAGAWA

Synopsis

In this paper, the effect of jet angle on particle size distribution, circularity, and tap density of atomized metal powder by high-pressure water atomization was investigated.

The results were as follows:

- (1) As the jet swirl angle (ω) increased from 0 to 15 degrees, the particle median diameter decreased and the ratio of high circularity particles increased. But because the particle size distribution became narrow, the tap density decreased. As the jet swirl angle (ω) increased from 15 to 19 degrees, because the width of the particle size distribution was constant and the ratio of high circularity particles decreased as the particle median diameter increased, the tap density decreased.
- (2) As the jet apex angle (θ) decreased, the particle median diameter increased and the ratio of high circularity particles decreased. On the other hand, because the particle size distribution broadened, the tap density increased.
- (3) The circularity of particles depended on their size but did not depend on the jet swirl angle (ω) and apex angle (θ). However, because ω and θ had an effect on the particle size distribution, the ratio of high circularity particles was changed.

1. 緒言

軟磁性材料は外部磁界をかけると磁化されるが、除くと磁化が消失する特性を活かし、モーターや変圧器コア(磁芯)のほとんどに使用されており、見えないところで我々の生活を支えている。従来コアには電磁鋼板が用いられてきたが、高周波特性に優れ、等方的な磁気特性を有する圧粉磁芯材料を用いることにより、新たな3次元磁気回路設計が可能となり、チョークコイル、リアク

トルおよびトランスなどの電気、電子部品の小型、軽量化が実現されている¹⁾。近年ではコイル部品にも小型化や実装密度の向上が求められ、回路基板上に表面実装する形の小型コイル部品が用いられる。この場合、部品は絶縁処理した軟磁性金属粉末とコイルを一体成型することにより製造され、成形部品はメタルコンポジットインダクタと呼ばれており、スマートフォンをはじめとした家電製品に使用されている。メタルコンポジットインダクタには、飽和磁束密度の大きい組成の粉末が用いられ

2017年3月31日 受付

* 1 大同特殊鋼(株)技術開発研究所 (Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

* 2 大同特殊鋼(株)粉末製品部 (Metal Powder Div., Daido Steel Co., Ltd.)

るが、従来から用いられてきたソフトフェライトコアとの比較において、透磁率が小さいという欠点がある²⁾。透磁率は圧粉コアの密度増加に伴い大きくなるため、プレス成形前の粉末には高い充填性が要求される。一般に粉末の充填密度は粒度分布の幅が広く、粒子が丸いほど増加することが知られている³⁾。またインダクタの小型化に伴いスイッチング周波数は増加し、渦電流損失を小さくするために、使用する粉末の粒径を微細にする必要がある²⁾。

平均粒径 20 μm 以下の球状微粉の製造法の1つとして高圧水噴霧法があり、その粉末の粒度分布や形状は、アトマイズノズルから噴出する高圧水ジェットの流れに依存して変化する。これまでもジェットの噴出角や水圧、ノズル内圧力などが粒度分布や充填密度におよぼす影響を評価した研究が多数報告されている^{4)~8)}。しかし粒子形状に各因子がおよぼす影響に関する議論は、SEM (Scanning Electron Microscope) 像による定性的な形状変化の観察、粉体層の充填密度の変化、および比表面積から凝集粉の生成量を考察したものが多く、粒子形状の定量的な変化は直接調査されていない。本研究は従来から報告されている高圧水ジェットの噴出角が粉末の粒度分布、粒子形状におよぼす影響について、新たに粒子像分析装置を用いて調査し、噴霧条件により粉体の充填密度が変化するメカニズムを明らかにすることを目的とした。

2. 高圧水アトマイズ法

高圧水アトマイズ装置の一例を Fig. 1 に示す。高周波誘導炉で溶解された合金がタンディッシュに注がれ、小孔から流下する。流下した熔融金属は、高圧水ポンプとアトマイズノズルから発生させた高圧水ジェットによって分裂、凝固し金属粉末となる。アトマイズチャンバーに溜まった金属粉末はスラリーポンプで回収容器に搬送され、乾燥工程を経て回収される。

高圧水アトマイズノズルの構造を Fig. 2 に示す。高圧水は円環スリット状の出口を有するアトマイズノズルから噴出される。ノズル構造の違いにより高圧水ジェットの形状が変化し、粉末特性に影響をおよぼす。

Fig. 3 にアトマイズノズルから噴出したジェットの形状を示す。ジェットの頂角 (apex angle, θ) が小さくなるに伴い粉末が球状化し充填密度が大きくなるが、粗粉化することが知られている⁷⁾。また菊川ら⁵⁾ はジェットに旋回角 (swirl angle, ω) を付加することにより、凝集粒子の生成比率が減少し、粒子が球状および微細化することを報告している。

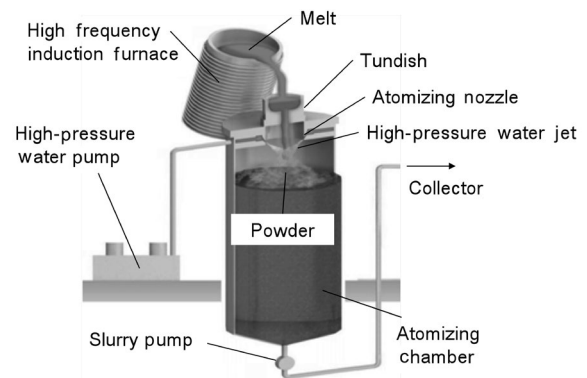


Fig. 1. Schematic view of the high-pressure water atomization.

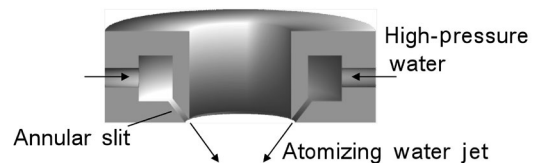


Fig. 2. Schematic diagram of the cross section of the nozzle.

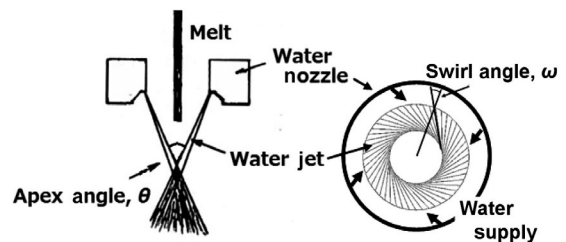


Fig. 3. Schematic diagram of the jet angle of the high-pressure water atomization.

3. 実験方法

3. 1 粉末の作製

高圧水ジェットが所定の形状になるように設計したアトマイズノズルを使用し、大気誘導炉を持つ高圧水アトマイズ装置で鉄系合金粉末を作製した。

旋回角 ω が粉末特性におよぼす影響の調査を目的とし、頂角 θ が一定 (10°) の条件で、 ω を $0 \sim 19^\circ$ に変化させ粉末を作製した。また頂角 θ が粉末特性におよぼす影響の調査を目的とし、旋回角 ω が一定 (4°) の条件で、頂角 θ を $10 \sim 35^\circ$ に変化させ粉末を作製した。頂角 θ が粉末特性におよぼす影響の調査は旋回角 ω が粉末特性におよぼす影響の調査に対し、アトマイズノズルに供給される水圧が 1.5 倍の条件で行った。各実験の条件を Table 1 に示す。

また粉末中の異物を除去するため作製した粉末を目開き 44 μm の篩で分級し、篩網を通過した粉末を対象に調査を行った。

Table 1. Experiment parameters.

	Water pressure index (-)	Swirl angle, ω (°)	Apex angle, θ (°)
Series 1	1	0~19	10
Series 2	1.5	4	10~35

3. 2 粉末特性の測定

作製した鉄系合金粉末の粒度分布をレーザー回折法（日機装機製：マイクロトラック MT3000 II）で測定した。得られた質量基準積算分布の値が 50 % となる粒子径を d_{50} （メジアン径，単位は μm ）とし，粒子径の代表値として用いた。また粒度分布の幅を式（1）で定義する標準偏差 σ で評価した。

$$\sigma = d_{84} / d_{50} \quad (1)$$

d_{84} ：質量基準積算分布の値が 84 % となる粒径

粒子形状は粒子像分析装置（シスメックス製：FPIA-3000S）で測定した。撮像倍率は 20 倍とし，十分な解像度で撮影できる 1.5 ~ 40 μm の粒子を分析の対象とした。粒子形状は式（2）で定義される円形度 C を用い，1.5 ~ 40 μm の全測定区間を対数的に 14 等分した各測定区間内における C の個数平均値で評価した。このとき粒径には粒子画像の輪郭上の 2 点における最大の長さ（粒子最大長）を用いた。

$$C = 4\pi S / L^2 \quad (2)$$

S ：撮影された粒子の面積

L ：粒子の周囲長

粉末の充填密度は JIS Z 2512 に準拠するタップ密度で評価した。また真球粒子を仮定し，粉末の比表面積 d_{bl} を次の式（3）で算出した。

$$d_{bl} = 6 / (\rho_p S_w) \quad (3)$$

ρ_p ：粒子の真密度 (kg/m^3)

S_w ：粉末の比表面積 (m^2/kg)

本研究では粉末の比表面積を JIS R 5201 に準拠するブレン空気透過装置（筒井理化学器械製），真密度を気相置換法（Quantachrome Ins. 製：ウルトラピクノメータ 1000）で測定した。

4. 結果および考察

4. 1 高圧水ジェットの旋回角 ω が粉末特性におよぼす影響

Table 2 に旋回角 ω を 0 ~ 19° に変化させ作製した粉末の特性を示す。また旋回角 ω とメジアン径 d_{50} との関係を Fig. 4，旋回角 ω と比表面積 d_{bl} の関係を Fig. 5 に示す。 d_{50} は ω の増加に伴い減少し， $\omega = 15^\circ$ で最小値となった後，再び増加した。比表面積 d_{bl} は ω の増加に伴って若干減少したが 8 μm 前後であり，大きく変化しなかった。

Table 2. Summary of atomization results.

Run No	ω (°)	D_{50} (μm)	S.D.* (-)	Yield of -44 μm (%)	Tap density (g/cm^3)
1	0	15.7	1.79	64	4.5
2	11	14.8	1.75	52	4.33
3	15	11.4	1.66	90	4.36
4	16	12.2	1.67	87	4.26
5	17	12.7	1.64	84	4.08
6	19	13.2	1.64	82	4.07

*Standard deviation of particle size distribution (d_{84}/d_{50})

菊川ら⁵⁾は旋回角 ω が粒径におよぼす影響について次のように考察している。アトマイズ法で製造された粉末は一次粒子の衝突，合体による造粒粒子を含むが， ω が増加すると高圧水ジェットがアトマイズノズル下方で収束しづらくなるため，ジェットで粉砕された溶滴の衝突頻度が減少し，造粒粒子の生成量が減少する。レーザー回折法の原理上は造粒粒子径を測定するため， ω の増加に伴い d_{50} は減少する。一方，比表面積 d_{bl} は造粒粒子を構成する一次粒子径の影響を強く受けるため，大きくは変化しない。

旋回角 ω が粉末粒径におよぼす影響について本研究で得られた結果は，菊川らの実験結果を再現したものと推定される。

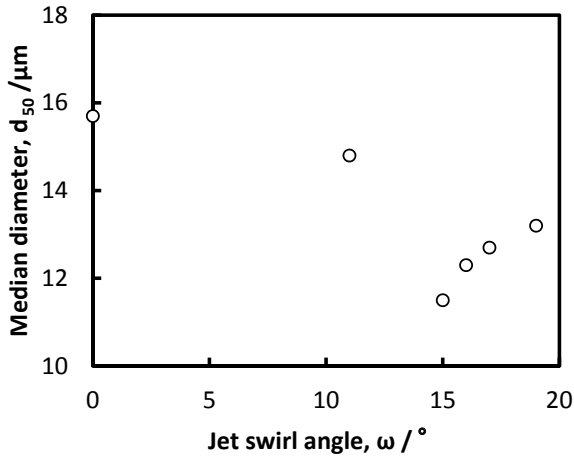


Fig. 4. Relationship between the jet swirl angle and the median diameter.

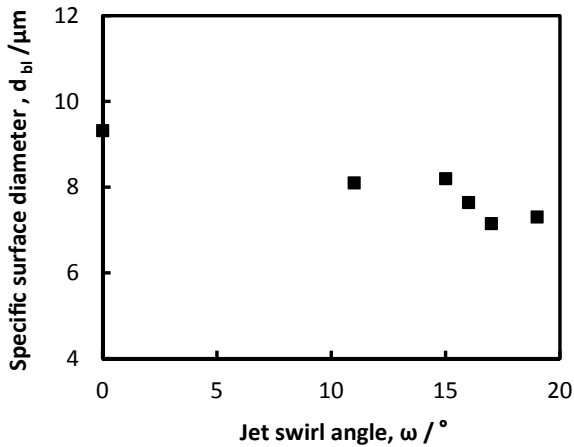


Fig. 5. Relationship between the jet swirl angle and the specific surface diameter.

旋回角 ω と粉末の円形度の関係を Fig. 6, 旋回角 ω と粒度分布の関係を Fig. 7, 旋回角 ω と標準偏差 σ の関係を Fig. 8 にそれぞれ示す。円形度は旋回角 ω には依存せず、粒径に対しおおむね同じ値となり、粒径の増加に伴い円形度が小さくなった。ただし ω は粒度分布に影響をおよぼすため、粒子全体に対し高円形度粒子が占める割合は変化する。

旋回角 ω が $0 \sim 15^\circ$ の領域では、 ω の増加に伴い粒度分布が微粉側にシフトし、高円形度粒子の割合が増加した。 ω が $15^\circ \sim 19^\circ$ の領域では、 ω の増加に伴い粒度分布が粗粉側にシフトし、高円形度粒子の割合が減少した。

また旋回角 ω の増加に伴う標準偏差 σ の減少は、粗大な造粒粒子の生成量の減少によるものと推定される。

Fig. 9 に旋回角 ω とタップ密度 ρ の関係, Fig. 10 に標準偏差 σ とタップ密度 ρ の関係を示す。

ω が $0 \sim 15^\circ$ の領域では ω の増加に伴い標準偏差 σ が減少（粒度分布の幅が狭くなる）し、タップ密度 ρ も減少した。 ω の増加に伴って高円形度粒子の割合が増

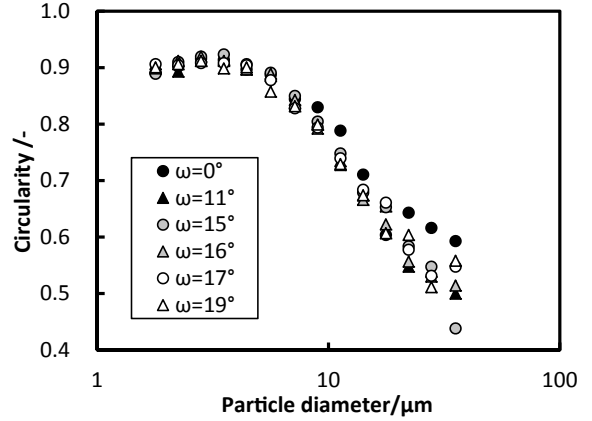


Fig. 6. Effect of the jet swirl angle on the circularity distributions.

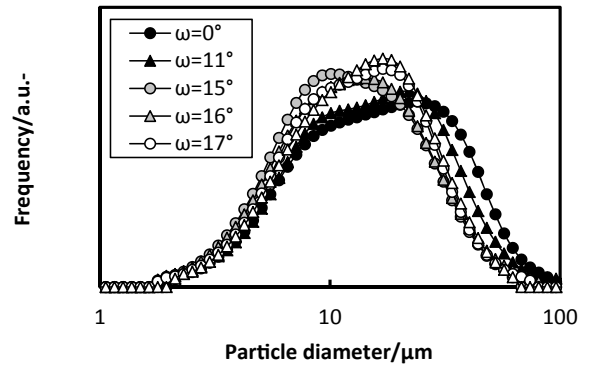


Fig. 7. Effect of the jet swirl angle on the particle size distributions.

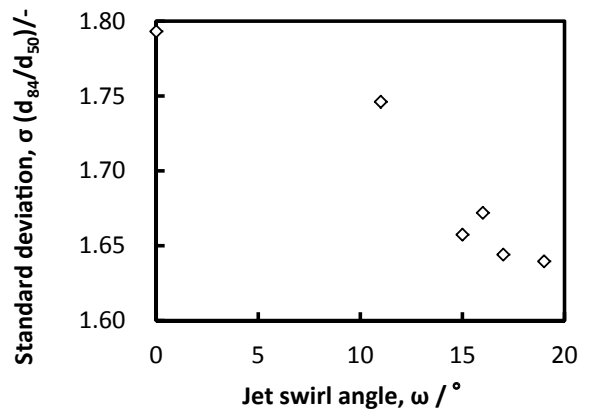


Fig. 8. Relationship between the jet swirl angle and the standard deviation.

加し、タップ密度 ρ が増加する効果よりも、標準偏差 σ の減少に伴いタップ密度 ρ が減少する効果のほうが大きいと推定される。

ω が $15^\circ \sim 19^\circ$ の領域においては標準偏差 σ は 1.65 前後ではほぼ一定だが、 ω の増加に伴い粗粉化したため高円形粉の比率が減少し、タップ密度 ρ が減少したと推定される。

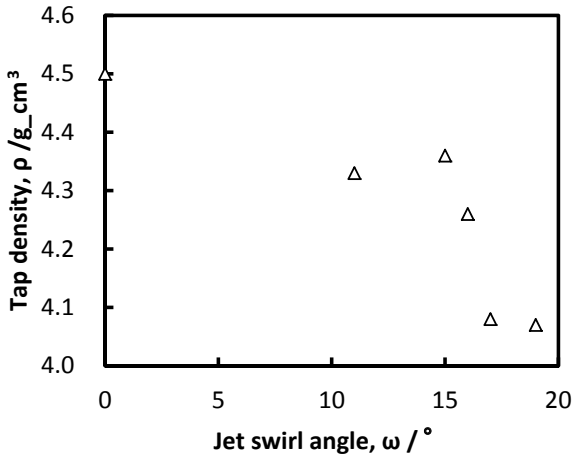


Fig. 9. Relationship between the jet swirl angle and the tap density.

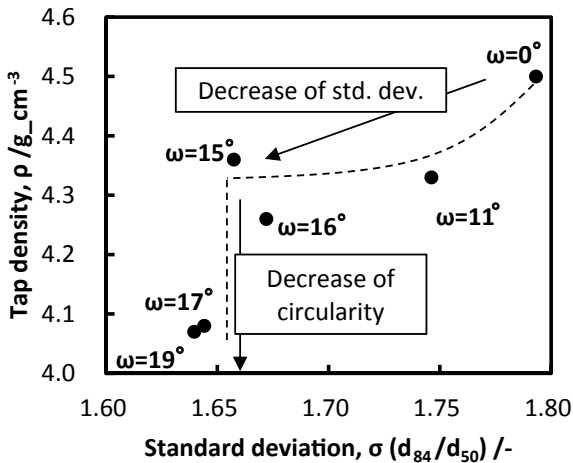


Fig. 10. Relationship between the standard deviation and the tap density.

4. 2 高圧水ジェットの頂角 θ が粉末特性におよぼす影響

Table 3 に頂角 θ を $10^\circ \sim 35^\circ$ に変化させ作製した粉末の特性を示す。また頂角 θ とメジアン径 d_{50} との関係を Fig. 11 に示す。頂角 θ の増加に伴い d_{50} が減少した。 θ の増加に伴う d_{50} の減少は主に流下する溶融合金流に対する高圧水ジェット流速の垂直成分が大きくなるためと考えられている^{6)~8)}。

Table 3. Summary of atomization results.

Run No	ω ($^\circ$)	D_{50} (μm)	S.D.* (-)	Yield of $-44 \mu\text{m}$ (%)	Tap density (g/cm^3)
7	10	14.1	1.79	73	4.45
8	20	12.7	1.74	85	4.34
9	35	12	1.71	95	4.06

*Standard deviation of particle size distribution (d_{84}/d_{50})

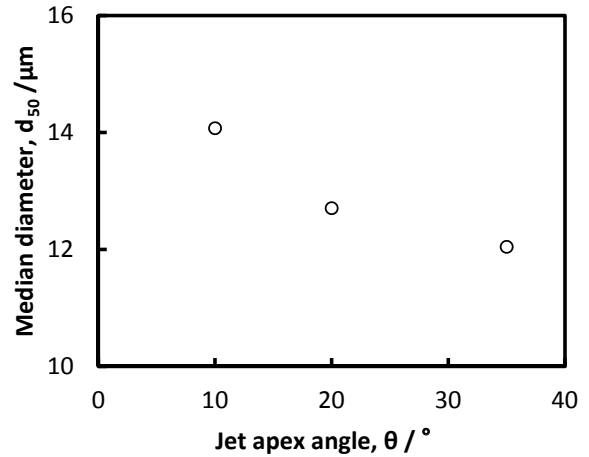


Fig. 11. Relationship between the jet apex angle and the median diameter.

頂角 θ と粉末の円形度の関係を Fig. 12, 頂角 θ と粒度分布の関係を Fig. 13, 頂角 θ と標準偏差 σ の関係を Fig. 14 にそれぞれ示す。前述の旋回角 ω が粉末円形度におよぼす影響の調査結果と同様に、円形度は頂角 θ に依存せず粒径に対しおおむね同じ値となり、粗粉ほど円形度が小さくなった。ただし θ も粒度分布に影響をおよぼすため、粒子全体に対し高円形度の粒子が占める割合は変化する。

頂角 θ の減少に伴い粒度分布は粗粉側にシフトするため、粒子全体に対し高円形度粒子が占める割合は減少した。また標準偏差 σ は増加した。

頂角 θ が小さいほど粉末が球状化と言われる^{5), 7)} が、本研究で粒子像分析装置により得られた粒子画像からそのような傾向は確認できなかった。頂角 θ が小さくなるに伴い平均粒径は大きくなり、造粒粒子の頻度が増加するため、粒子全体に対し高円形度粒子が占める割合は低下すると考えられる。

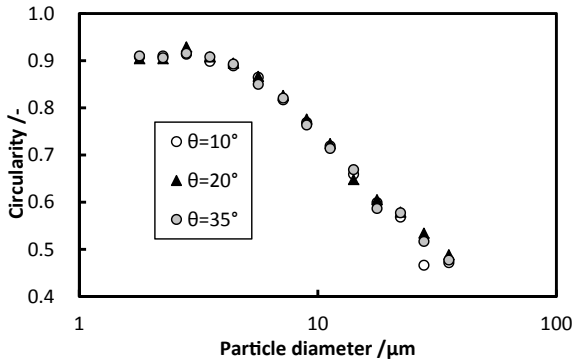


Fig. 12. Effect of the jet apex angle on the circularity distributions.

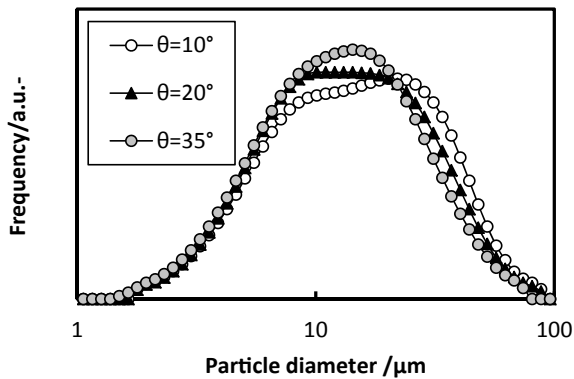


Fig. 13. Effect of the jet apex angle on the particle size distributions.

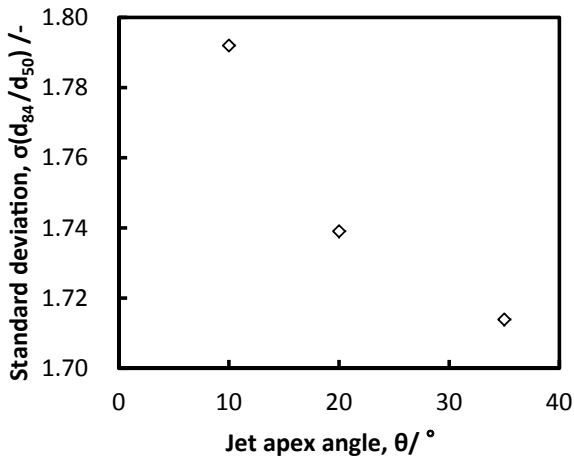


Fig. 14. Relationship between the jet apex angle and the standard deviation.

Fig. 15 に頂角 θ とタップ密度 ρ の関係, Fig. 16 に標準偏差 σ とタップ密度 ρ の関係を示す.

θ の減少に伴い標準偏差 σ は増加 (粒度分布の幅が広がる) し, タップ密度 ρ も増加した. θ の減少に伴って高円形度粒子の割合が減少し, タップ密度 ρ が減少する効果よりも, 標準偏差 σ の増加に伴いタップ密度 ρ が増加する効果のほうが大きいためと推定される.

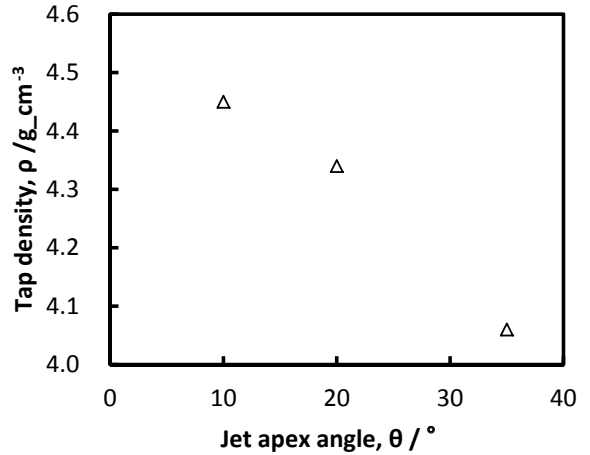


Fig. 15. Relationship between the jet apex angle and the tap density.

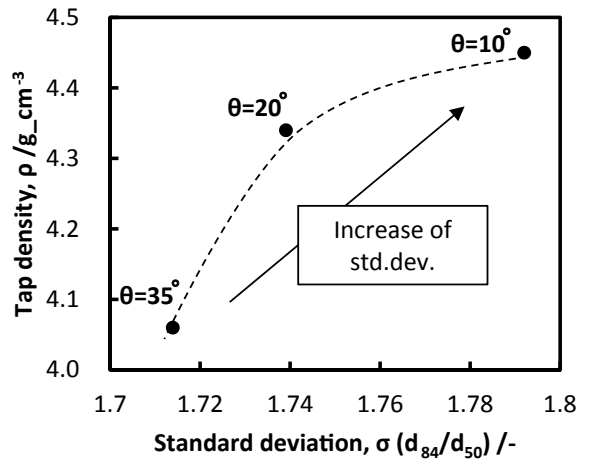


Fig. 16. Relationship between the standard deviation and the tap density.

5. 結 言

高圧水噴霧法で製造した粉末の充填密度が噴霧条件により変化するメカニズムを明らかにするため, 従来から報告されている高圧水ジェットのスピン角 ω および頂角 θ が粉末の粒度分布, 粒子形状および充填密度におよぼす影響について, 粒子像分析装置を用いて評価した. その結果, 次の結論を得た.

- (1) メジアン径 d_{50} はスピン角 ω の増加に伴い凹の挙動となる. よって微粉化の観点からは最適値を有する. 本研究では ω が $0 \sim 15^\circ$ の領域において ω の増加に伴い, 粒子全体に対し高円形度粒子が占める割合が増加したが, 粒度分布の幅が狭くなったため, タップ密度が減少した. ω が $15^\circ \sim 19^\circ$ の領域では粒度分布の幅はほぼ一定だが, 粗粉化に伴い高円形度粒子が占める割合が減少したため, タップ密度が減少した.

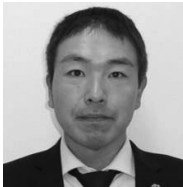
- (2) 高圧水ジェットの頂角 θ の減少に伴って粗粉化し、粒子全体に対し高円形度粒子が占める割合が減少した。一方、粒度分布の幅が広がったためタップ密度は増加した。
- (3) 粒子の円形度は粒径に依存し、旋回角 ω や頂角 θ の影響を受けない。ただし粒度分布は ω と θ に影響を受けるため、粒子全体のうち高円形度粒子の占める割合は変化する。

(文 献)

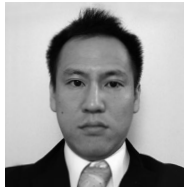
- 1) 五十嵐直人, 魚住真人, 小菅敏行, 佐藤淳, 草別和嗣, 山口浩司: SEIテクニカルレビュー, **186**(2015), 92.
- 2) 藤田雄一郎: 特殊鋼, **63**(2014), 21.
- 3) 粉体工学会編集: 粉体工学叢書, **7**(2009), 13.
- 4) 関義和, 岡本晋也, 滝川博: 神戸製鋼技報, **40**(1990), 15.
- 5) 菊川真利, 松永繁昌, 稲葉恒太, 岩津修, 武田徹: 粉体および粉末冶金, **47**(2000), 453.
- 6) F. Persson, A. Eliasson and P. Jönsson: Powder Metallurgy, **55**(2012), 45.
- 7) 鈴木喜代志, 近藤鉄也, 清水孝純: 電気製鋼, **69**(1998), 2, 137.
- 8) R. J. Grandzol and J. A. Tallmadge: Int. J. Powder Metall., **11**(1975), 1, 103.



関本光一郎



奥村鉄平



中川知可夫