

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 6 年 6 月 10 日現在

機関番号：17102

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2021～2023

課題番号：21H01663

研究課題名（和文）ガスアトマイズ粉末内部の気孔形成メカニズム解明と気孔形成の抑制

研究課題名（英文）Elucidation of the pore formation mechanism in gas-atomized powders

研究代表者

吉年 規治（Yodoshi, Noriharu）

九州大学・工学研究院・准教授

研究者番号：60586494

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 13,680,000円

研究成果の概要（和文）：ガスアトマイズ粉末内の気孔形成メカニズムの解明とそれらの低減化技術の開発に焦点を当てて研究を行った。本研究で最適化した条件下で放射光X線CT観察を行うことにより、種々のガスアトマイズ金属粉末粒子内の数マイクロオーダーの気孔についても明瞭に観察することに成功した。また、新たに構築した画像解析システムにより合金ごとの気孔形態プロファイルを作成し、各種合金粉末内に含まれる気孔形態を明らかにした。これらのデータから内部に気孔が形成される要因についての検討を行った。さらに、水素混合ガスをアトマイズ噴霧ガスとして用いることにより、複数の合金系粉末で内部気孔量を大幅に低減できることを明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

工業的に広く利用されるガスアトマイズ粉末には内部に気孔を含むことが知られており、一部の用途で使用する際に製品の性能低下を引き起こすことが指摘されている。本研究事業では、ガスアトマイズプロセス中の気孔形成メカニズムを明らかにするために、複数の合金系を対象として放射光X線CT法を用いた詳細な気孔観察を行った。得られたデータを分析することにより複数の気孔形成要因について検討を行った。また、還元性ガスを用いて粉末作製を行うことで気孔量を低減できる可能性について提案し実験的に明らかにした。

研究成果の概要（英文）：In this research project, we focused on elucidating the pore formation mechanism in gas-atomized powders and developing a technology to suppress them. We were able to observe pores of the order of several micrometers in various gas-atomized metal powders using synchrotron radiation X-ray CT under optimized observation conditions. By developing an exclusive image analysis system, we acquired the pore morphology profiles for each alloy and evaluated the pore size distribution and morphology of the various alloy powders. In addition, we investigated the factors that led to the formation of internal pores based on the data obtained. We also proposed the use of hydrogen-mixed gas as the atomizing gas and experimentally demonstrated that the volume fraction of internal pores could be significantly reduced in various types of alloy powders.

研究分野：粉末冶金工学

キーワード：ガスアトマイズ粉末 気孔 放射光X線 コンピュータ断層撮影 水素

## 様式 C - 19、F - 19 - 1 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

ガスアトマイズ法で作製した金属粉末は機械要素部品や機能性材料の粉末冶金原料として、工業的に広く用いられている。近年では、製品品質の高性能化に伴い、原料粉末にも厳しい品質条件（粒度分布・微粉化・球形・優れた流動性・表面清浄など）が求められている。特に、3次元積層造形用原料粉末や省エネルギー用軟磁性非平衡金属粉末においては、粒子内部に含まれる気孔を低減化することが求められている。一般的に広く用いられるガスアトマイズ粉末は、表面が清浄で球形状であるため優れた流動性を示す一方で、数十マイクロメートルに及び比較的大きな気孔が含まれることが知られており問題となっている。

ガスアトマイズプロセスにおいて、粉末粒子内部に気孔を形成する原因として、主に以下の要因が考えられる。

急冷過程において溶湯中の溶解ガスの吐き出し

超（亜）音速ガス噴射に起因するキャビテーションによる気孔の形成

凝固に伴う引け巣の形成（表面につながる開気孔であることが多い）

液滴の再結合時のガスの巻き込み

実際の粉末中に気孔が形成される過程は、これらの複数の要因の組み合わせであり、また非常に短時間で凝固が完了する複雑な現象であるため、気孔形成過程に関する知見は明らかにされていない。

### 2. 研究の目的

本研究事業では、ガスアトマイズ粉末内に気孔が形成されるメカニズムの解明とこれらの低減化に焦点を当てて研究を行った。研究の目的として、各種合金のアトマイズ粉末の粒子内部の気孔の分布はどのようになっており、その主要形成メカニズムは何であるか。また、液滴内の気泡の排出を促進することにより粉末粒子内の気孔量を低減することは可能であるかを明らかにすることとした。

具体的には、種々のガスアトマイズ粉末粒子内の気孔をシンクロトロン光 X 線 CT により詳細に観察および解析し、各種合金粉末の気孔分布形態を数値的に評価比較した。また、水素を混合した還元性ガスをアトマイズ時の噴霧ガスとして用い表面酸化を抑制した場合に、液滴内の気泡の排出を促進し得られる粉末内の気孔量を低減させることができるのかを実験的に確認することを目的とした。

### 3. 研究の方法

対象合金は、3次元積層造形用の原料粉末として工業的に利用されている鉄鋼材料、Ti系合金、Ni系合金、Si系合金、Cu系合金に加えて、凝固形態の異なる合金系として軟磁性非晶質材料（Fe系アモルファス合金）も対象合金に含めた。また、凝固形態が及ぼす液滴形成過程や内部気孔量への影響を調査するため、固液共存温度域の異なる2元系Cu合金をアトマイズ粉末化し、比較検討も行った。

粉末内の気孔観察は、高分解能を有する放射光 X 線（空間分解能約 0.65  $\mu\text{m}$ ）により透過画像を撮影し、コンピュータトモグラフィ法により3次元再構成処理を行い数万個の粒子内に含まれる検出可能な全ての気孔の形状・寸法を画像解析によりリスト化し、気孔形態のプロファイルを作成した。このとき、液滴の性状を評価するため粉末径に加えてアスペクト比や真球度など3次元形状評価も同時に行った。

さらに、液滴内の気泡の排出を促進することにより粉末粒子内の気孔量をどこまで低減できるのかを明らかにする目的で、アトマイズプロセスにおいて還元性の水素ガスを混合することにより気孔排出促進が可能かどうかを実験的に確認した。還元性ガスをを用いたガスアトマイズ法では液滴表面に瞬時に形成される酸化被膜の量を低減できる可能性があり、気泡同士の合体および液滴からの排出を短時間で完了させることが期待される。そこで、アトマイズ噴霧ガスに水素を3%～7%程度まで混合し、内部気孔の量や液滴形態に変化がみられるかを上述と同様の手法により解析を行った。さらに、合金種による効果の有無や大小を比較検討した。

### 4. 研究成果

#### (1) 粉末内の気孔抽出および各合金の気孔プロファイルの取得

図1は本研究で用いた放射光 X 線 CT 観察による粉末内気孔の観察の様子を示した模式図である。本研究で最適化した測定条件下で数  $\mu\text{m}$  オーダーの気孔についても明瞭に観察することができ、新たに構築した画像解析システムにより合金ごとの気孔形態プロファイルを作成することに成功した。また同図内の各粉末断面像から見て取れるように、各合金種によって含まれる気孔総量、サイズ、数密度などに差が見られることが確認された。例えば、Ti系合金やNi系合金粉末においては比較的大きな気孔が形成されているのに対し、Si系粉末においては非常に細かい気孔が多数含ま

れる（1つの粒子内に多数の気孔を形成することも多い）ことが明らかとなった。これらの解析結果から、合金種によって内部気孔形成の主要なメカニズムが異なっている可能性が示唆された。

### （2）合金の固液共存温度域が及ぼす粉末形態および気孔量への影響

Cu 合金を用いて融点、液相線温度、およびそれらの差である固液共存温度域の異なる成分組成の合金（純 Cu,  $\text{Cu}_{95}\text{Sn}_5$ ,  $\text{Cu}_{70}\text{Sn}_{30}$  合金）を作製し、得られた粉末試料を放射光 X 線 CT により内部気孔の直接観察を行った。その結果、粉末粒径（メディアン径）は、純 Cu,  $\text{Cu}_{95}\text{Sn}_5$ ,  $\text{Cu}_{70}\text{Sn}_{30}$  合金粉末の順に小さくなり、内部に含まれる気孔の割合は同順に大きい値となった。純 Cu,  $\text{Cu}_{95}\text{Sn}_5$  合金,  $\text{Cu}_{70}\text{Sn}_{30}$  合金の固液共存温度域（平衡状態図中の液相が存在する温度域）はそれぞれ 0 K, 約 150 K, 約 300 K であり、同条件下で作製した粉末は固液共存温度域がより広いほど粉末径は小さくなるが、一方で内部に含まれる気孔量は多くなる結果となった。純 Cu は内部に含む気孔の数が少なく、また 15  $\mu\text{m}$  を越える大きな気孔は観察されなかった。一方、 $\text{Cu}_{95}\text{Sn}_5$  合金,  $\text{Cu}_{70}\text{Sn}_{30}$  合金には最大で 35  $\mu\text{m}$  程度の比較的大きな気孔が多数観察され、 $\text{Cu}_{70}\text{Sn}_{30}$  合金はその頻度も高かった。これは、液滴の凝固完了に至るまでの時間が短いほど気孔を巻き込みにくい可能性があり、高压ガスによる溶湯ストリームからの 1 次粉碎過程より、その後の液滴の 2 次分裂（ストリップングブレークアップ機構）過程で多くの気孔を巻き込んでいる可能性を示唆する結果であった。

### （3）アトマイズ噴霧ガスに水素混合ガスを用いた場合の気孔量への影響

水素混合ガスを噴霧ガスとして使用した場合には Fe 系, Ni 系, Cu 系合金など複数の合金系粉末で内部気孔量（体積分率）が約 50 パーセントから最大 80 パーセント程度減少していることが明らかとなった。一方で、Ti 系や Zr 系合金においてはむしろ気孔量が増加する傾向が確認され、溶解中および溶湯ストリームの粉碎時に溶湯中に水素ガスが取り込まれた可能性が示唆された。実際に得られた粉末の水素含有量分析結果においても高い濃度の水素を含んでいることが確認され、溶解した水素ガスが凝固中に気孔を形成した可能性が考えられた。また、噴霧ガスに水素ガスを混合することによって、得られる粉末の粒度分布に及ぼす影響は小さいものの粒子形状やアスペクト比はより真球度の高い球形状に近づくことも確認された。これらの結果は、ガスアトマイズ粉末の流動性や表面状態に影響を与えている可能性が高いと考えられ、さらに詳細な影響を調査することで工業的に応用できる可能性があることを実験的に明らかにすることができた。

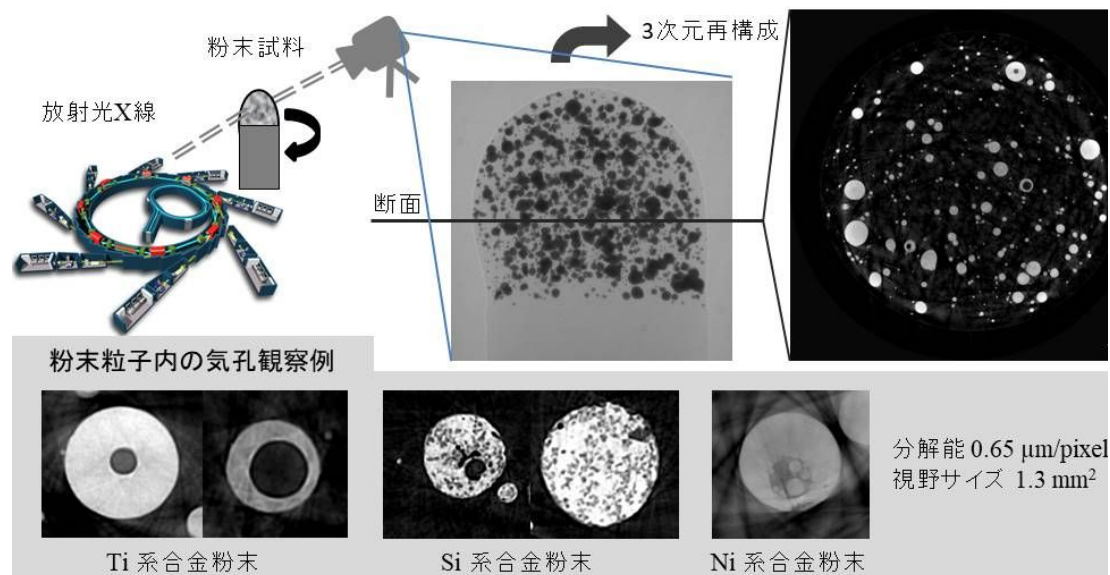


図 1 本研究事業で用いた放射光 X 線 CT 法によるアトマイズ粉末内の気孔検出の模式図（上）と各種合金粉末内の気孔を含む断層画像（下）。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計6件（うち招待講演 2件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 島村壮, 吉年規治, 櫻井郁也, 工藤健太郎, 品川一成
2. 発表標題 ガスアトマイズ粉末の気孔形成メカニズムの検討
3. 学会等名 粉体粉末冶金協会春季講演大会
4. 発表年 2024年

1. 発表者名 吉年規治, 小城原堯也, 工藤健太郎, 品川一成, 櫻井郁也, 佐藤充孝, 正橋直哉, 吉川穰, 伊藤桂介
2. 発表標題 シンクロトロン光X線CTによるガスアトマイズ粉末評価と気孔形成因子の検討
3. 学会等名 粉体粉末冶金協会秋季講演大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 小城原堯也, 吉年規治, 工藤健太郎, 品川一成, 櫻井郁也, 佐藤充孝, 正橋直哉, 吉川穰, 伊藤桂介
2. 発表標題 シンクロトロン光X線CTによるガスアトマイズ粉末の3次元形状および気孔量の評価
3. 学会等名 粉体粉末冶金協会秋季講演大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 吉年規治, 遠藤 嵩英, 正橋 直哉
2. 発表標題 シンクロトロン光X線CTによるガスアトマイズ粉末に含まれる気孔量評価およびガス種の影響調査
3. 学会等名 粉体粉末冶金協会春季大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 吉年規治、遠藤 高英、正橋 直哉
2. 発表標題 シンクロトロンX線CTを用いたガスアトマイズ粉末内部の気孔観察と気孔量の低減化
3. 学会等名 粉体粉末冶金協会秋季大会（招待講演）
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 吉年規治
2. 発表標題 シンクロトロン光X線CTを用いたガスアトマイズ粉末内部の気孔観察と気孔量の低減化
3. 学会等名 粉体粉末冶金協会2021年度粉末製造委員会オンライン研究講演会（招待講演）
4. 発表年 2022年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究 分担 者	櫻井 郁也  (Sakurai Ikuya)  (10397482)	名古屋大学・シンクロトロン光研究センター・特任准教授   (13901)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------