

技術資料

Technical Data

ガスアトマイズ法における円環スリット型コンファインドノズルのスリット径とガス圧力が粉末特性におよぼす影響

関本光一郎*¹, 山浦圭祐*¹, 松木隆紀*¹, 鷺見芳紀*¹, 井上晋輔*², 森 浩一*³

Effect of Slit Diameter of Annular-Slit Confined-Feed Nozzle and Gas Pressure on Powder Characteristics in Gas Atomization

Koichiro SEKIMOTO, Keisuke YAMAURA, Takanori MATSUKI,
Yoshinori SUMI, Shinsuke INOUE and Koichi MORI

Synopsis

Additive manufacturing (AM) such as laser beam powder bed fusion is a manufacturing process that can provide more design freedom than conventional processes while reducing material waste. However, the high cost of the spherical powders that are the raw material for AM is a barrier to its replacing the conventional process. Due to the requirement for specific powder characteristics such as flowability, bulk density, size distribution, and particle morphology for AM, gas atomization is a major manufacturing process. Therefore, in order to increase the yield of AM powder to reduce the cost, it is important to optimize process parameters in gas atomization. However, the effect of atomization parameters, including nozzle design on the particle morphology, is not adequately known. In this study, the influence of nozzle inner diameter and gas pressure on particle size and circularity were investigated using two annular-slit confined-feed nozzles with different slit inner diameters.

1. 緒言

金属積層造形は、目的とする形状の3D-CADデータを薄いレイヤーに分割し、レイヤーごとに素材の溶融と積層を繰り返すことで、ニアネットシェイプの部品を造る製造技術である。切削や塑性加工といった従来の製法では実現が難しい複雑な構造物を製造できるため、部品点数や組立コストの削減を可能とする特徴を持つ。さらにはオンデマンドの部品製作や、使用する素材と廃棄物の削減といった環境面での利点も期待されていることか

ら、世界的な研究開発と産業用アプリケーションへの適用が進められている¹⁾。

原料に粉末を用いる金属積層造形装置のうち、現在の主要方式である、熱源にレーザーを使用するパウダーベッドフュージョンにおいては、一般に粉末粒子径が15-45 μmの微細な粉末が用いられる。また、装置内で粉末の搬送とパウダーベッドへの敷き詰めが繰り返されるため、原料粉末には高い流動性と充填性を持つ真球形が好まれる²⁾。しかし、そのような球状の微粉末は粉末製造工程での収率が低く、材料コストが積層造形の普

2021年10月21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 (株)大同 ITソリューションズ (Daido IT Solutions Co., Ltd.)

* 3 大阪府立大学大学院 工学研究科, 科博 (Dr. Sci., Graduate School of Engineering, College of Engineering, Osaka Prefecture University)

及への課題の1つとなっている。そのため、従来の加工技術を大きく置き換えていく状況には至っていない³⁾。

球状の微粉末の主要製法の1つとして、熔融金属を高速のガスジェットで溶滴に分断し、冷却を経て回収するガスアトマイズ法が挙げられる。この製法で得られる粉末の粒度分布、形状、流動性、充填性といった諸特性の最適化には、それらとアトマイズ工程の操業因子の関係を知らなければならない。しかし高温の熔融金属と高速のガス流により生じるアトマイズ現象は複雑なものであり、実験による観察の難しさもあいまって、粉末特性と操業因子の関係は完全には解明されていない。

そのような背景から、アトマイズ現象の解明、粒子形状とサイズ分布の予測、ガスノズル構造の最適化といった目的で、気体の単相流、あるいは気体と熔融金属の混相流を対象とした数値流体力学 (Computational Fluid Dynamics, CFD) がさまざまな機関で活用されている^{4)~7)}。

そこで本稿では単相流のCFDを活用し、ガスアトマイズ工程の操業因子のうち、リング状のスリットからガスを噴出するコンファインド型ノズル (Annular-Slit Confined-Feed nozzle, ASCF) のスリット内径 D と供給ガスの圧力 P_N の2つが、生成される粉末のメジアン径 d_{50} と円形度 C におよぼす影響を調査した結果を報告する。

2. 実験方法

Table 1 に実験の概要を示す。はじめにノズルから噴出するガスの流れを専用の実験設備で測定し、CFDの精度検証を行った。この検証は設備制約から、Arガスを使用して行った。

次にスリット内径 D が異なる2種類のASCFを対象に、CFDと、ガスアトマイザーを用いた粉末の試作を実施した。この実験にはN₂ガスを使用し、試作の結果をCFDのガス流れと比較して考察した。

2. 1 CFDモデリング

Fig. 1 にCFDモデル全体の計算領域と境界条件を、Fig. 2 にノズル近傍の形状をそれぞれ示す。計算には商用の流体解析ソフトウェア (Siemens PLM製 Star-CCM+ Ver. 13) を使用した。

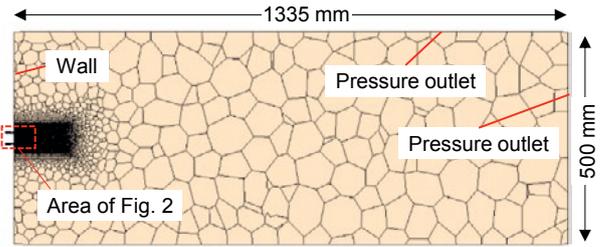


Fig. 1. Geometry of the numerical domain and the boundary condition (full model).

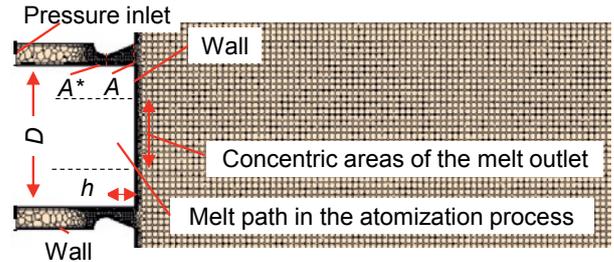


Fig. 2. Geometry of the numerical domain and the boundary condition with a zoomed view of the nozzle exit.

Ver. 13) を使用した。

計算対象のガス流れは速度が大きいため、流体の圧縮性が支配的と考えられる⁸⁾。そこで数値計算の負荷と安定性を考慮し、気体の運動方程式をNavier-Stokes式から粘性項を省いたEuler式とし、理想流体として取り扱った。計算は非定常陰解法で実施し、総メッシュ数は約 1.2×10^6 、タイムステップは 1.0×10^{-5} 秒とした。また10000ステップの計算を行った時点で計算を終了した。このときガスは流入界面に供給ガス圧力 $P_{N,cal}$ で供給し、排圧は大気圧とした。

ガスの速度が音速の何倍かを示す無次元数のマッハ数は、Star-CCM+ではスカラー値として扱われ、3次元の全方向成分を包含する大きさとして表される。後述する実験で得られるマッハ数は流れの中心軸方向の成分に限定されるため、本稿では比較に用いるノズル中心軸方向のマッハ数の計算値 M_{cal} を式 (1) で算出した。

$$M_{cal} = |V_{g,cal}/V_{s,cal}| = |V_{g,cal}|/\sqrt{\gamma RT_{cal}} \quad (1)$$

ここで $V_{g,cal}$ はノズル中心軸方向の流れの速度ベクトル計算値 (m/s)、 $V_{s,cal}$ は音速計算値 (m/s)、 γ はガスの

Table 1. Overview of the experiments and numerical simulations.

Step	Nozzle diameter D (mm)	Gas	CFD	Experiment			
				Schlieren imaging	Aspiration test	Velocity measurement (pitot tube)	Atomization of melt
1st	23	Ar	○	○	○	○	
2nd	23, 19	N ₂	○				○

比熱比, R はガス定数 ($J/(kg \cdot K)$), T_{cal} はガス温度の計算値 (K) をそれぞれ示す.

ノズル直下の空間の圧力を示す吸引圧力の計算値 $P_{A,cal}$ は Ting らの報告⁹⁾ を参考に, ノズルの熔融金属の流出口が位置する同心円領域の静圧を受圧面積の加重平均で除して算出した. また M_{cal} と $P_{A,cal}$ については計算の終了時点から 50 ステップ分を遡り, おおのを時間平均した値を使用した.

CFD のノズルは Ünal がデザインした ASCF¹⁰⁾ に近い形状とし, スロート面積 $A^*=136 \text{ mm}^2$, 開口断面積比 (出口面積 A /スロート面積) $A/A^*=2.14$, 拡大部の長さ $h=4.5 \text{ mm}$, スリット内径 $D=23 \text{ mm}$ とした.

2. 2 ガス流れの実験的計測

Fig. 3 に実験装置の模式図を示す. 供給ガスの圧力 P_N はノズルのマニホールドに設置した圧力センサ, 吸引圧力 P_A は熔融金属の供給部に相当する位置に設置した圧力センサで測定した. ノズルから噴出するガスの流れのシュリーレン像は, 流れに対して垂直方向に市販のダブルパス型システムシュリーレン装置 (カトウ光研株製, SS-100) を設置し, カメラで撮影した.

ガスのマッハ数 M は, ノズルの中心軸上にガスの噴出方向と対向するように, 総圧管と静圧管の 2 種類のピトー管を交互に取り付け, 管を介した流れを圧力センサで計測することで算出した. 具体的には総圧管, 静圧管を介すことでそれぞれ総圧 P_t , 静圧 P_s を得ることができ, 式 (2), (3)¹¹⁾ を使用して M に換算した.

$$\frac{P_t}{P_s} = \left\{ \frac{(\gamma+1)M^2}{2} + 1 \right\}^{\gamma/(\gamma-1)} \quad (M < 1) \quad (2)$$

$$\frac{P_t}{P_s} = \left\{ \frac{(\gamma+1)M^2}{2} \right\}^{\gamma/(\gamma-1)} \left\{ \frac{\gamma+1}{2\gamma M^2 - (\gamma-1)} \right\}^{1/(\gamma-1)} \quad (M > 1) \quad (3)$$

ピトー管は, アクチュエータを使用してノズルのガス出口から最大 100 mm の計測位置まで 1 mm 刻みで移動させ, 各点における P_t , P_s を測定した.

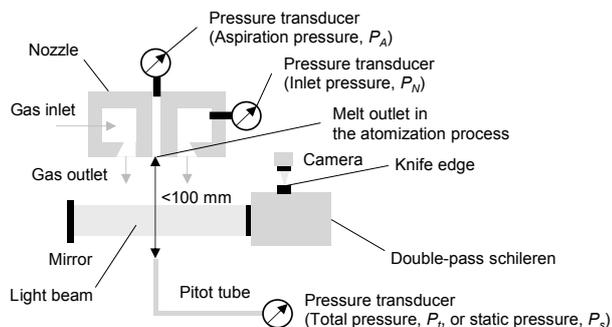


Fig. 3. Schematic image of the experimental setup.

2. 3 粉末の試作と評価

実験には CFD と同一形状のノズルと, A^* , A , h が等しく D のみを 19 mm に変更したノズルの 2 種類を用いた. 5 kg の鉄系合金を高周波誘導炉で熔融し, 約 2000 K まで加熱した後に, タンディッシュに出鋼した. 熔融金属はタンディッシュ底面に取り付けられた, 熔融金属供給管の直径 4.0 mm のオリフィスを介してノズルのガス出口近傍に供給され, 鉛直下方に噴射する高速のガスジェットによって溶滴に分断された後, 冷却を経て粉末として回収された. また, 供給ガス圧力 P_N を 1.4-3.0 MPa までの範囲で変え, いずれも異なる条件で計 10 回の粉末の試作を行った. ガス/メタル比 (Gas Metal Ratio, GMR) は, アトマイズガスの質量流量を熔融金属の質量流量で除して算出した.

粉末の粒度はメジアン径 d_{50} で評価し, 未分級の状態でふるい分け法によって算出した. また粒子の円形度 C は粒子画像分析装置 (Malvern 製 MorphologiG3) を使用して測定した. 測定対象は 10-90 μm の粒子とし, 円形度を式 (4) で算出後, おおののセグメントにおける最小/最大の粒径比が約 1.5 となる 10-15 μm , 15-25 μm , 25-40 μm , 40-60 μm , 60-90 μm の 5 つのセグメントに分割し, おおのの円形度の個数平均値 C_{10-15} , C_{15-25} , C_{25-40} , C_{40-60} , C_{60-90} を求めた.

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

ここで S は二値化した粒子の投影断面積 (画素数), L は周囲長 (画素数) を示す.

3. 結果および考察

3. 1 CFDの精度検証(1st step)

Fig. 4 に CFD における流れのガスの密度コンター図を示す. 供給ガスの圧力 $P_{N,cal}$ が 4 MPa と 5 MPa の 2 条件では, リングスリットから噴出するガスの膨張により, リング状のガスジェットに囲まれたノズル直下の空間 (再循環ゾーン) が狭くなり, 同時にマッハディスク (垂直衝撃波) が形成された.

次に実験で得た各供給ガス圧力 P_N におけるシュリーレン像を Fig. 5 に示す. シュリーレン像の明暗は流れの密度勾配に対応する¹²⁾. P_N が 4 MPa と 5 MPa の 2 条件では, CFD と同様に再循環ゾーンが狭くなる様子が観察された. 一方, マッハディスクは撮影像が不鮮明なため, いずれの P_N においても観察されなかった. そこで CFD におけるマッハディスク形成のしきいとなる, $P_{N,cal}$ が 3 MPa と 4 MPa の 2 条件を対象に, 流れの中心軸方向のマッハ数分布をより詳細に調査した.

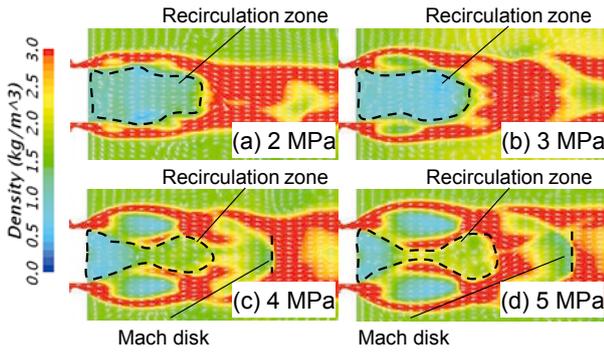


Fig. 4. Numerical contour plots of the gas density at inlet pressure of (a) 2 MPa, (b) 3 MPa, (c) 4 MPa and (d) 5 MPa.

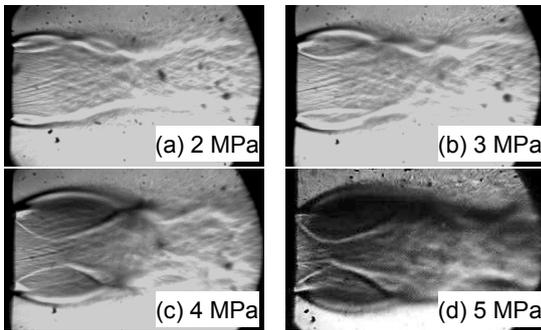


Fig. 5. Experimental Schlieren images at inlet pressure of (a) 2 MPa, (b) 3 MPa, (c) 4 MPa and (d) 5 MPa.

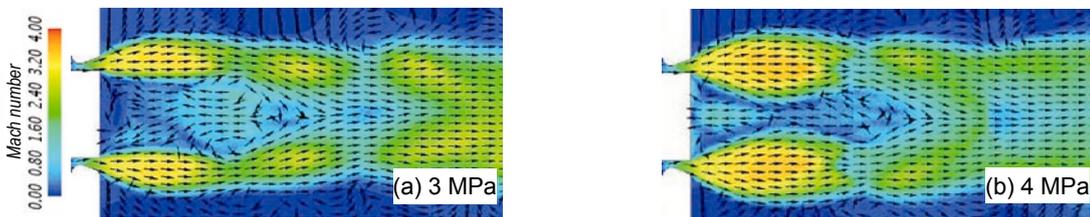


Fig. 6. Numerical contour plots of Mach number at inlet pressure of (a) 3 MPa and (b) 4 MPa.

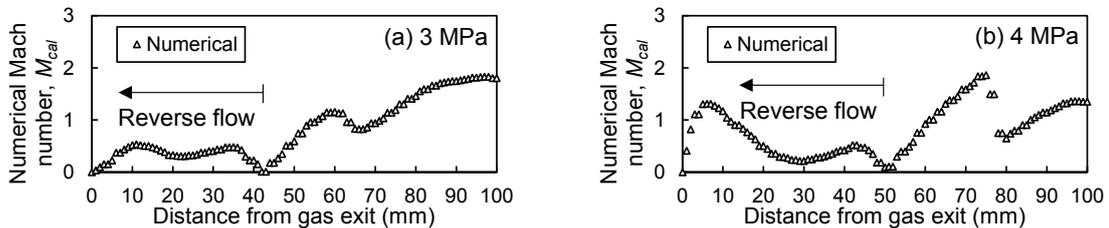


Fig. 7. Numerical Mach number profiles along the geometric centerline of the nozzle at inlet pressure of (a) 3 MPa and (b) 4 MPa.

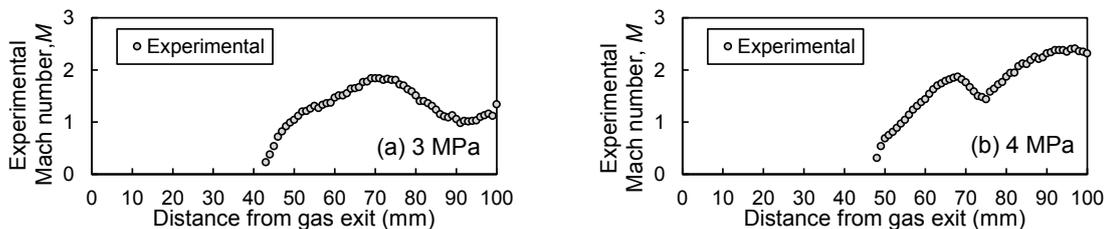


Fig. 8. Experimental Mach number profiles along the geometric centerline of the nozzle at inlet pressure of (a) 3 MPa and (b) 4 MPa.

Fig. 6 に CFD における 3 MPa と 4 MPa の条件のマッハ数コンター図を、Fig. 7 に式 (1) で求めたノズル中心軸方向のマッハ数 M_{cal} の分布をそれぞれ示す。 M_{cal} がゼロとなり、流れ方向が切り替わる点が、3 MPa の条件ではガス噴出口から 43 mm、4 MPa の条件では 50 mm に位置している。また 4 MPa の条件におけるマッハディスクは 75 mm から 80 mm の位置に存在した。

Fig. 8 にピトー管で実測した流れのマッハ数 M の分布を示す。3 MPa と 4 MPa の条件において、ガス出口からのおおの 42 mm と 47 mm 付近でマッハ数はゼロとなった。この結果は CFD による計算値と近い値となっている。また 4 MPa の条件における 69 mm から 75 mm 位置に、3 MPa の条件にはみられないマッハ数の急激な減少が観察された。このマッハ数の急減少は、CFD にみられたマッハディスクに対応していると推察される。また、ガス出口からマッハ数がゼロになる位置、マッハディスクが形成する位置までの距離については、誤差 10% 程度で再現できていると考えられる。一方、3 MPa の流れにおけるマッハ数分布の形状は良い一致を示していない。

次に CFD と実験値の吸引圧力の比較を Fig. 9 に示す。両者の絶対値は一致していないが、供給ガス圧力 P_N が 4 MPa 付近までは P_A が減少、それ以降は増加する傾向は共通している。また実験では P_N が 3.0 MPa と 3.3 MPa の間で P_A の急激な減少がみられた。

コンファインドノズルのガス流れは一定以上の P_N に達すると、マッハディスクを形成すると同時に再循環ゾーンが狭くなり、 P_A が急激に減少することが知られている⁹⁾。本実験の P_N が 4 MPa 以上の条件においても、シュリーレン像 (Fig. 5) から再循環ゾーンが狭くなったことがわかる。また CFD の結果から、マッハディスクの形成が推察される。これらから実験 (Fig. 9) にみられた 3.0 MPa と 3.3 MPa 間における P_A の急激な減少は、 P_N の増加によって再循環ゾーンが狭くなり、主流と逆向きに流れる循環流の流路が制限され、圧力センサ直下の空間に供給されるガスの量が減少した結果と推察される。

一方、衝撃波の位置を除くマッハ数分布の形状と P_A の絶対値が一致しない誤差の主要因としては、計算領域のメッシュの粗さが考えられる。現実には CFD の粗いメッシュを跨ぐ形で衝撃波が発生し、ガス流れが急激に変化するため、実験で得られた結果よりも CFD の方が、ガス流れの変化が少なくなっていると推察される。

以上より実施した CFD は実験を完全に再現するものではないが、現象の理解を深めるために活用できるものと考え、3. 2 節の考察に使用した。

3. 2 粉末の試作 (2nd step)

スリット内径 $D=23$ mm と 19 mm の 2 種類のノズル形状を対象とし、供給ガス圧力 $P_{N,cal}$ を 0.2 MPa 刻みで変化させて CFD を実施した。CFD で求めた $P_{N,cal}$ と吸引圧力 $P_{A,cal}$ の関係を Fig. 10 に示す。 $D=23$ mm のノズルは 2.0-2.2 MPa、 $D=19$ mm のノズルは 1.6-1.8 MPa の間に急激な $P_{A,cal}$ の減少が確認された。

Table 2 にガスアトマイズ実験による粉末の試作条件と結果の一覧を示す。また Fig. 11, Fig. 12, Fig. 13 に供給ガス圧力 P_N がガス/メタル比 GMR、メジアン径

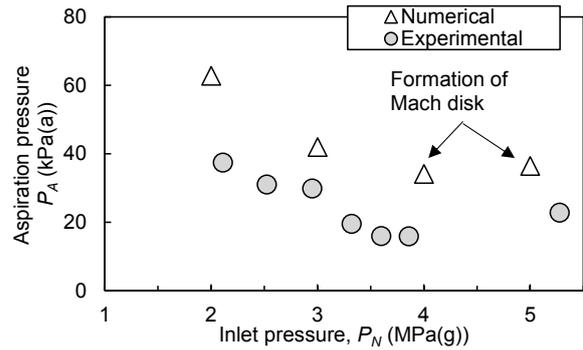


Fig. 9. Comparison of aspiration pressure of argon gas between the numerical simulation and the experiment.

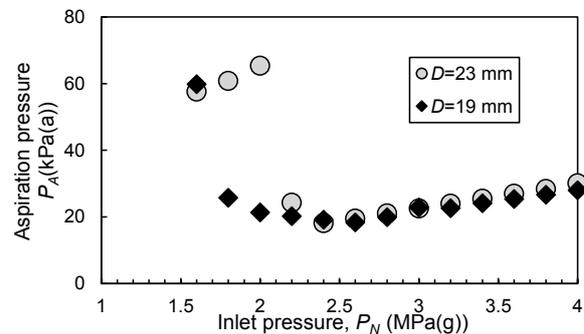


Fig. 10. Relationships between inlet pressure and aspiration pressure of nitrogen gas using two nozzles with different inner diameter of slits in the numerical simulation.

d_{50} および 60-90 μm セグメントの円形度 C_{60-90} におよぼす影響をそれぞれ示す。また図中の破線は CFD で急激な $P_{A,cal}$ の減少を示した $P_{N,cal}$ の値を示している。

$D=23$ mm と 19 mm のいずれのノズルも破線で示した供給ガス圧力付近の値、具体的には前者は 2.1 MPa、後者は 1.9 MPa の P_N を境として、より高圧の領域においては

Table 2. Atomization parameters and results.

Run no.	D (mm)	P_N (MPa(g))	GMR (-)	d_{50} (μm)	Mean circularity (-)				
					C_{10-15}	C_{15-25}	C_{25-40}	C_{40-60}	C_{60-90}
1	23	1.4	3.8	38.8	0.93	0.90	0.88	0.85	0.81
2	23	1.8	4.2	37.2	0.93	0.90	0.88	0.82	0.80
3	23	1.9	3.7	38.5	0.94	0.92	0.89	0.84	0.79
4	23	2.1	5.3	31.6	0.95	0.93	0.92	0.87	0.86
5	23	2.5	4.8	33.5	0.95	0.93	0.91	0.88	0.86
6	19	1.5	3.2	42.0	0.92	0.91	0.86	0.75	0.73
7	19	1.7	3.2	42.0	0.95	0.92	0.91	0.85	0.76
8	19	1.9	4.2	36.2	0.97	0.94	0.92	0.88	0.84
9	19	2.2	3.6	39.0	0.92	0.91	0.87	0.90	0.81
10	19	3.0	4.7	34.1	0.96	0.92	0.90	0.87	0.82

GMRの増加, d_{50} の減少, C_{60-90} の増加がみられた. 一方, P_N と他セグメントの円形度 C_{10-15} , C_{15-25} , C_{25-40} , C_{40-60} には相関がみられなかった. また対象とする粒径の大きいセグメントほど円形度が小さくなる傾向がみられた (Table 2).

Fig. 11にみられる, 破線よりも高い P_N におけるGMRの増加は, 再循環ゾーンが狭くなりマッハディスクの形成が生じる圧力を境として, それより高圧の領域において溶融金属の供給が不連続になり, ガスに対する金属の質量流量が減少する現象^{13), 14)}と推察される.

また $D=19$ mmのノズルの方が $D=23$ mmのノズルよりも小さい P_N で P_A の急激な減少が生じる理由は, リング状のジェット間の距離(直径)が小さく, ジェットの干渉によりマッハディスクが形成しやすいためと推察される.

Fig. 14にGMRと d_{50} , Fig. 15にGMRと C_{60-90} の関係

をそれぞれ示す. GMRと d_{50} に負の相関, GMRと C_{60-90} に正の相関がみられる.

Fig. 14の結果は, GMRの増加によりアトマイズ実験におけるガスエネルギーの入力が増加したため, d_{50} が減少したと考えられる. 特に3 MPa以下の供給ガス圧力において d_{50} におよぼすGMRの影響が大きいことが知られる⁷⁾.

Fig. 15の結果は, GMRの増加によって粉末の冷却速度が増加¹⁵⁾し, 凝固に至るまでに粒子の変形や凝集が生じづらくなり, 円形度 C_{60-90} が向上したものと推察される. また10-60 μm のセグメントにおける円形度とGMRの間に相関がみられなかった理由は, 比表面積が大きい微細な粒子はGMRが小さい条件においても十分に早くガスとの熱交換が行われて冷却されるため, 上記の差が生じなかったと考えられる.

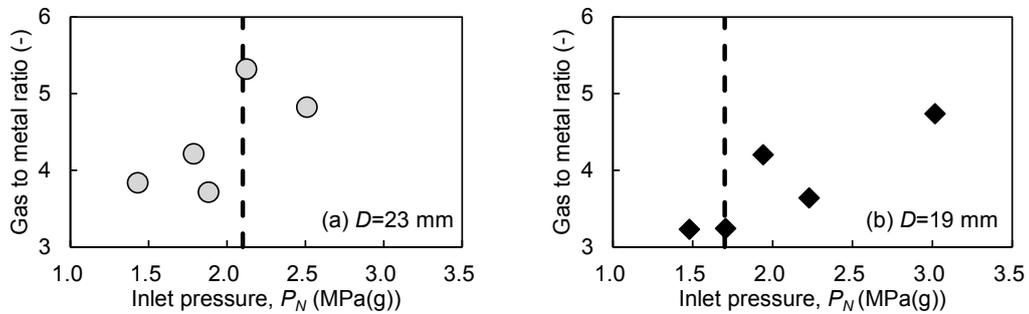


Fig. 11. Effect of inlet pressure on gas to metal ratio in the atomization experiments (dashed line indicates pressure value that results in deep aspiration pressure in the numerical simulations).

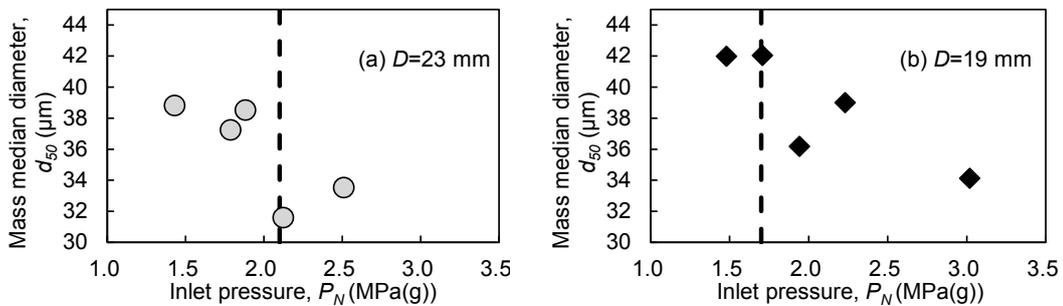


Fig. 12. Effect of inlet pressure on median diameter of the atomized powders (dashed line indicates pressure value that results in deep aspiration pressure in the numerical simulations).

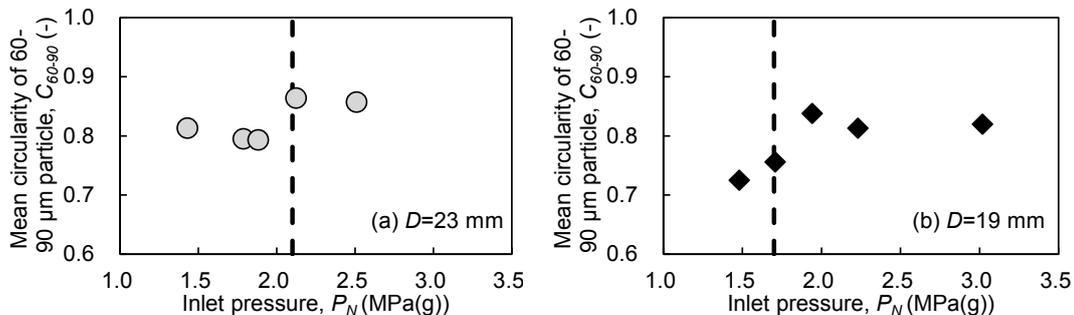


Fig. 13. Effect of inlet pressure on mean circularity of the 60-90 μm atomized powders (dashed line indicates pressure value that results in deep aspiration pressure in the numerical simulations).

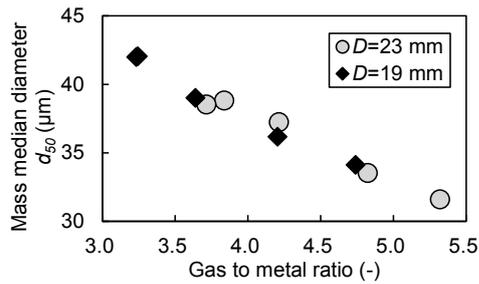


Fig. 14. Relationship between gas to metal ratio and median diameter of atomized powders.

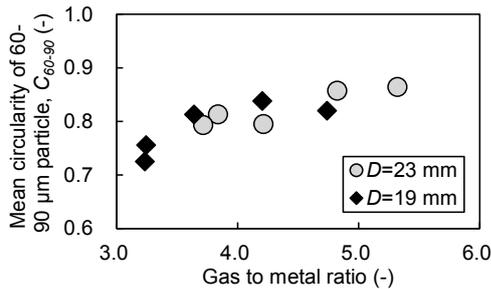


Fig. 15. Relationship between gas to metal ratio and mean circularity of the 60-90 μm atomized powders.

4. 結 言

ガスアトマイズ法による鉄系合金粉末の試作において、リングスリットの内径 D が異なる 2 種類のコンファインド型ガスノズルを使用し、 D の値と供給ガスの圧力 P_N が生成される粉末のメジアン径 d_{50} と円形度におよぼす影響を調査した結果、以下の結論を得た。

- P_N が特定の値より大きくなると、ガス/メタル比 (GMR) が大きくなり、 d_{50} が小さくなる。同時に 60-90 μm の粒子の個数平均円形度 C_{60-90} が増加する。これは GMR の増加によるガスのエネルギー入力と粉末冷却速度の増加によるものと推察される。
- P_N と 10-60 μm 粒子の個数平均円形度の間に相関はみられない。小さい粒子は冷却速度が十分に早いため、実験した条件の範囲では違いが生じなかったと推察される。
- 1) の効果が発現する特定の P_N 値はスリット内径 D により変化し、実験に用いた $D=23$ mm のノズルでは 2.1 MPa、 $D=19$ mm のノズルでは 1.9 MPa となった。後者のほうが小さい P_N 値となった要因として、スリット内径が小さいノズルは小さい P_N 値でガス/メタル比 GMR の増加を促進する衝撃波 (マッハディスク) が形成されるためと推察される。

(文 献)

- Ana Vafadar, Ferdinando Guzzomi, Alexander Rassau and Kevin Hayward: *Applied Sciences*, 11 (2021), 1213.

- 京極秀樹, 池庄司敏孝, 米原牧子: 近畿大学次世代基盤技術研究所報告, 11 (2020), 65.
- NEDO: TSC Foresight, 32 (2019), 1.
- Daniel Schwenck, Nils Ellenendt, Jörg Fischer-Bühner, Peter Hofmann and Volker Uhlenwinkel: *Powder Metallurgy*, 60 (2017), 3, 198.
- Norbert Vogl, Hans-Jürgen Odenthal, Markus Hüllen, Max Luh, Ilia Roisman and Cameron Tropea: "Physical and numerical modeling of close-coupled atomization processes for metal powder production", European Steel Technology and Application Days (ESTAD) Conference, 4 (2019).
- Peng Wang, Jing Li, Xin Wang, Heng-San Liu, Bin Fan, Ping Gan, Rui-Feng Guo, Xue-Yuan Ge and Miao-Hui Wang: *Chin. Phys., B*, 30 (2021), 027502.
- Lianghui Xu, Xianglin Zhou, Jinghao Li, Yunfei Hu, Hang Qi, Wei Wen, Kaiping Du, Yao Ma and Yueguang Yu: *Processes*, 8 (2020), 1027.
- 富田幸雄: 計測と制御, 18 (1979), 673.
- Jason Ting and Iver Anderson: *Materials Science and Engineering: A*, 379 (2004), 264.
- Ali Ünal: *Materials Science and Technology*, 4 (1988), 909.
- 日本機械学会編: 流体計測法, 日本機械学会, 2008, 78.
- 遠藤正樹, 榊原洋子: 計測と制御, 52 (2013), 124.
- Jason Ting, Michael W Peretti and William B Eisen: *Mater. Sci. Eng. A*, 326 (2002), 110.
- Jason Ting, Jeffery Connor and Stephen Ridder: *Mater. Sci. Eng. A*, 390 (2005), 452.
- Baolong Zheng, Yaojun Lin, Yizhang Zhou and Enrique Lavernia: *Metall. Mater. Trans. B*, 40 (2009), 768.



関本光一郎



山浦圭祐



松木隆紀



鷺見芳紀



井上晋輔



森 浩一