



ガスアトマイズ金属粉末粒子内部の気孔形態の 直接観察と形成過程の解明

吉年 規治¹, 福田泰行²
1 東北大学金属材料研究所, 2 株式会社真壁技研

キーワード：ガスアトマイズ粉末, 内部気孔, シンクロトロン光 X 線 CT

1. 測定実施日

2020 年 7 月 2 日 BL8S2 (第 2 シフト)
2020 年 8 月 4 日 BL8S2 (第 1 シフト)
2020 年 10 月 6 日 BL8S2 (第 1 シフト)
2020 年 11 月 13 日 BL8S2 (第 1 シフト)

2. 概要

ガスアトマイズ法で作製した金属粉末は内部に気孔を形成することが知られており、一部の工業的利用において問題となっている。本研究は、これらの形成メカニズムを明らかにする目的で、各種ガスアトマイズ合金粉末の内部についてシンクロトロン光 X 線 CT により詳細に観察を行った。その結果、 $10\mu\text{m}$ を下回る微細な気孔についても明瞭に検出することができ、また 3 次元再構成を行うことにより気孔の分布形態や粉末における体積割合などについて明らかにすることができた。また、合金ごとにその分布形態に違いがあることが確認された。

3. 背景と研究目的

ガスアトマイズ法は、表面が清浄でかつ球状粉末を大量に合成できるため、ガスアトマイズ金属粉末は機械要素部品や機能性材料など粉末冶金の原料として工業的に広く用いられている。近年の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が求められている。特に、省エネルギー用軟磁性非平衡金属粉末や 3 次元積層造形用原料粉末においては、粒子内部に気孔を含まない粉末の作製が重要であり、ガスアトマイズ時に形成される粉末内気孔が問題となっている^[1,2]。一方現状においては、内部気孔の形成メカニズムは未解明であり、また、それらを抑制する手法についても未確立である。

本研究では、ガスアトマイズ時のプロセス条件を制御し、粒子内に含まれる気孔がなるべく少ない粉末が得られる条件を明らかにすることを狙いとしている。特に本実験においては、シンクロトロン光 X 線を用いて各種合金粉末の気孔分布形態を詳細に観察することを目的とした。

4. 実験内容

複数の合金粉末 (Fe 系、Ti 系、Si 系、Ni 系および Cu 系合金) をガスアトマイズ法で作製し $125\mu\text{m}$ 以下に分級した。得られた粉末は樹脂と混合し、直径 1mm のアクリル棒先端に塗布し観察用試料とした。あいちシンクロトロン光センター BL8S2 ビームラインで、試料を回転させながら透過 X 線を撮像し、得られた像を 3 次元再構成することにより、粉末内部構造を 3 次元モデルとして取得した。撮像イメージ解像度は $0.65 \times 0.65 \mu\text{m}^2/\text{pixel}$ とし、視野サイズは $1.3 \times 1.3 \text{mm}^2$ であった。また試料は 360° 回転させながら 3601 枚の透過写真を撮影し、再構成処理を行った。得られた 3 次元モデルは画像処理ソフトを用いて樹脂中の粉末部分および粉末内気孔部の体積を解析した。この時、分解能を考慮してフェレ径 $6.5\mu\text{m}$ 以下の粉末粒子およびフェレ径 $6.5\mu\text{m}$ 以下の気孔については除去を行った。

5. 結果および考察

Fig. 1(a)はNi系合金粉末のX線透過像を示したものである。樹脂中に粒子が分散している様子が確認できる。Fig. 1(b)は360°方向から合計3601枚の透過像を得た後に、トモグラフィー法により3次元再構成を行い得られた3次元モデルを示している。解析ソフトを用いることで任意の断面の画像情報を得ることができ、Fig. 1(c)(d)のように内部に球状の気孔を内包する粉末粒子を可視化することができた。この作業を複数の樹脂埋め試料に対して行い、6.5 μm以上の粉末粒子が合計で10000個以上になるまで繰り返しデータ収集および解析を行い、検出可能な気孔の情報（気孔の球相当径・形状・含まれる粒子の球相当径）をすべてリスト化した。

Table 1はNi系合金粉末および内部気孔に関する個数および体積の情報をまとめた例である。気孔を含む粉末粒子は 5.51×10^{-3} の個数頻度で含まれており、粉末全体に対する気孔全体の体積割合は 2.85×10^{-3} 程度、また1 ccあたりの粉末に対して 4.48×10^5 個の気孔を含むことが明らかとなった。

Fig. 2は気孔を含む粒子について各粉末粒子径を横軸に、気孔径を縦軸にしてプロットを行ったものである。最大で直径50 μmを越える比較的大きな気孔も複数含まれていることが確認された。

6. 今後の課題

本実験によりシンクロトロン光X線CTによりガスアトマイズ粉末内部の気孔分布について評価できることが確認された。今後は、これらの分布形態の解析を各種合金粉末（Fe系、Ti系、Si系およびCu系）について行い比較することにより、合金物性などの特性と気孔形成の関係性を明らかにし、気孔形成メカニズムの解明を試みる予定である。また、ガスアトマイズ法による粉末作製時の作製条件が及ぼす影響についても検討を行い、一連の研究により粉末内部に形成される気孔を低減する技術の確立を目指す。

7. 参考文献

- [1] S. Tammam-Williams, P.J. Withers, I. Todd, P.B. Prangnell, Scr. Mater. 122 (2016) 72-76.
- [2] 高橋亨, 逸見和宏, 吉年規治, 牧野彰宏. 軟磁性粉末, 特許 W02017-022595.

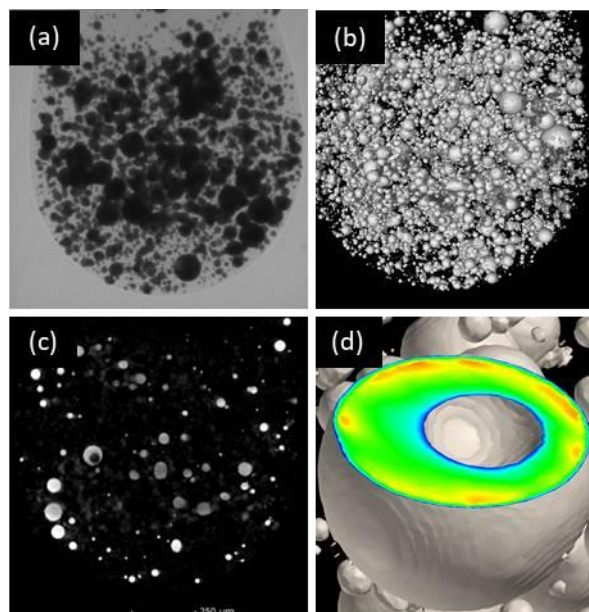


Fig. 1 樹脂中に分散させたガスアトマイズ粉末の (a)X線透過像, (b)3次元再構成モデル, (c)再構成後の断面図, (d)粒子内ポアの抽出

Table 1 Ni系ガスアトマイズ粉末に含まれる気孔の解析結果

粉末粒子	平均粒径(個数基準) [μm]	11.98
	検出数 [個]	13434
気孔	合計体積 [cc]	1.65×10^{-4}
	検出数 [個]	74
気孔の頻度・割合	合計体積 [cc]	4.71×10^{-7}
	単位体積当の個数 [個/cc]	4.48×10^5
	体積割合 [-]	2.85×10^{-3}
	気孔含有粒子の個数割合 [-]	5.51×10^{-3}

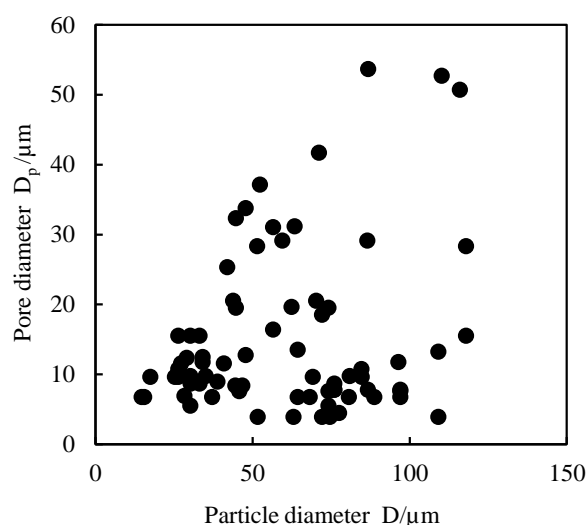


Fig. 2 Ni系ガスアトマイズ粉末の粒子径と含まれる気孔サイズの分布