

© 1989 ISIJ

技術報告

スプレイ・デポジション法とその圧延 ロール製造への適用

井川良雄*・伊丹 哲*²・熊谷 憲*・安藤 剛*

Spray Deposition Method and Its Application to Production of Mill Rolls

Yoshio IKAWA, Tetsu ITAMI, Ken KUMAGAI and Tsuyoshi ANDO

Synopsis :

Rapid solidification process produces fine grains and macro-segregation free microstructures and improves hot-workability of highly-alloyed metals (e.g. superalloys and high alloy steels).

The Osprey process is a spray deposition technique which is one of the rapid solidification methods.

This process provides a means of producing dense preforms directly from liquid metal by applying a gas atomizing. Therefore, this process retains most of advantages resulting from rapid solidification and powder metallurgy, while eliminates major disadvantages resulting from multi stage process (e.g. powder production, sizing, compaction and sintering).

In the present investigation, Osprey process has been applied to mill rolls satisfactorily.

Results obtained are as follows ;

- 1) Fine grain size was obtained by changing operational parameters.
- 2) Osprey preform with higher mechanical properties compared with conventional cast preform was obtained.
- 3) The wear amount of Osprey product is 1/2 to 1/6 of conventional cast one in wearing test.
- 4) Actually, the life of Osprey rolls tested in a wire-rod mill exceeded that of conventional ones by two to three times.

Key words : rapid solidification ; spray deposition technique ; Osprey process ; gas atomizing ; preform ; fine grain size ; wire-rod mill ; Osprey roll.

1. 緒 言

高合金の材料を製造する方法として現在、急冷凝固技術を用いた種々の金属材料製造プロセスが注目されている。超合金、高速度鋼のような高合金のものを急冷凝固技術を用いることによつて、従来の鑄造法で問題とされたマクロ偏析、結晶粒、炭化物の粗大化等を解決し、これら材料の熱間加工性を改善することができる。

急冷凝固技術としてはアトマイズ法に代表されるように種々の方法があるが、従来のアトマイズ法を用いた粉末冶金は、粉末を製造し、それを成形、焼結して目的の製品を作る方法であり、急冷凝固のままバルク状のものを作るのではなく、目的の製品を作るのに多数の工程が必要となる。

ここに紹介するオスプレイ法 (Osprey process)^{1)~6)} はガスアトマイズ法を用いて急冷凝固でかつ、熔融金属

から高密度のプリフォーム (Preform) を 1 工程にて製造する方法、すなわちスプレイデポジション法である。

このオスプレイ法の特性を従来の鑄造材と比較し、その適用として高合金タイプの圧延ロールを製造した。その結果、従来品に対して良好な結果を得たので報告する。

2. 急冷凝固技術とオスプレイ法

2.1 急冷凝固技術におけるオスプレイ法

急冷凝固プロセスの目的としては⁷⁾、

- 1) 新しい凝固組織の実現による新材料の開発
- 2) 従来法では製造困難な材料の薄帯や細線、ブロックを作成する。
- 3) 製造工程を省き、より最終製品に近い形状のもの (Near-net-shape) を生産する。

等がある。これらの目的を実現する方法としては、数多くの方法が現在開発されているが⁸⁾、住友重機械工業

昭和 62 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 63 年 7 月 18 日受付 (Received July 18, 1988)

* 住友重機械工業(株)産業機械事業部 (Industrial Machinery Division, Sumitomo Heavy Industries, Ltd., 5-2 Soubiraki-cho Niihama 792)

*2 住友重機械工業(株)新居浜研究所 (Niihama Research Laboratory, Sumitomo Heavy Industries, Ltd.)

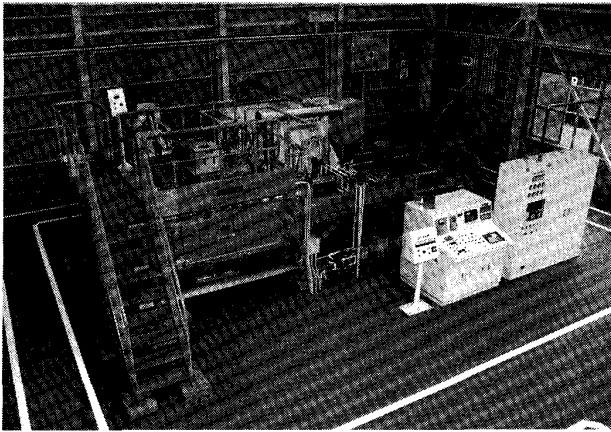


Photo. 1. Photograph of pilot plant in Sumitomo Heavy Industries.

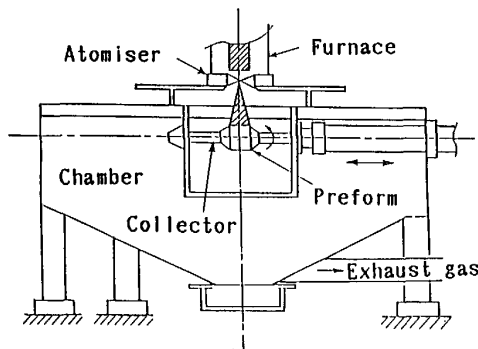


Fig. 1. Schematic view of Osprey process.

(株)ではオスプレイ法に関して英国オスプレイ社と1985年技術提携し、本技術の特徴把握及び圧延ロールへの適用を中心に開発を進めてきた。

2.2 オスプレイ法

住友重機械工業(株)にて製造し、今回の実験に使用したオスプレイパイロットプラント及び概念図を Photo. 1, Fig. 1 に示す。

オスプレイ法とは Fig. 1 に示すように熔融金属流を窒素やアルゴン等の不活性ガスによつてアトマイズし、急冷凝固させ、かつ飛行中に適当な温度範囲に制御した粒子を移動速度・回転速度等をプログラム制御しているコレクター上に堆積させ所定の形状のプリフォーム(チューブ、ディスク、プレート)を得る方法である。

ここで重要なオスプレイパラメーターとしては⁹⁾

- 1) 溶湯温度
- 2) 溶湯流出速度
- 3) アトマイズガス流量(圧力により調整)
- 4) スプレイ距離(コレクターまでの距離)
- 5) コレクター移動速度

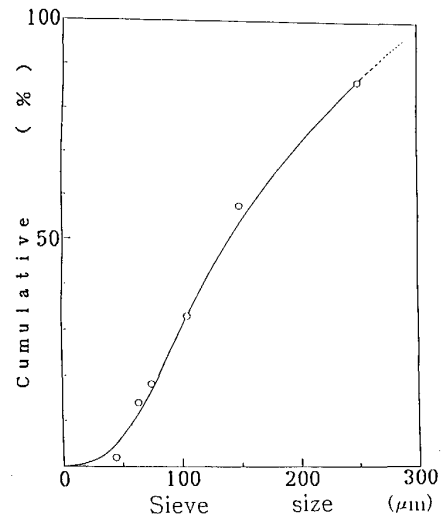


Fig. 2. Distribution of powder size.

等がある。これらのパラメーターをコントロールすることによりスプレイ内での粒子径、粒子速度、粒子温度、冷却速度、凝固形態を適当な状態に保ち、急冷凝固でかつ高密度のプリフォームが得られる。

2.2.1 粒子径

オスプレイ法でアトマイズされたオースプレイ粒子(プリフォームに堆積されずに、飛散してしまう粒子)の分布を Fig. 2 に示す。また、これら粒子の SEM 観察結果を Photo. 2 に示す。粒子は不活性ガスによつてアトマイズされた粒子特有の球状を呈している。なお実際のスプレイ粒子の分布は Fig. 2 より若干、太径粒子側に移動すると考えられるが、全体の傾向は十分に表している。

粒子径はガス圧力、溶湯速度、溶滴の表面張力・粘性等により変化するが、オスプレイ粒子としては 70~250 μm が主である。

2.2.2 粒子速度

Fig. 3 は、本実験と同程度の密度の Co 合金粒子を用いたアトマイズ領域での粒子速度の解析結果である¹⁰⁾。解析に際しては種々の仮定を設けているがアトマイズ内での粒子速度の変化を十分に表していると考えられる。

粒子径が 32 μm の場合は、急速に加速され、飛行距離 100~200 mm で最高速度 100 m/s に到達し、その後は徐々に減速する。200 μm の粒子は加速されるが最高速度に到達するまでの飛行距離が長い。以上よりオスプレイ法での粒子の平均速度は約 30~80 m/s 程度と予想される。

2.2.3 粒子温度

Fig. 4 は同じ Co 合金の粒子温度の解析結果であ

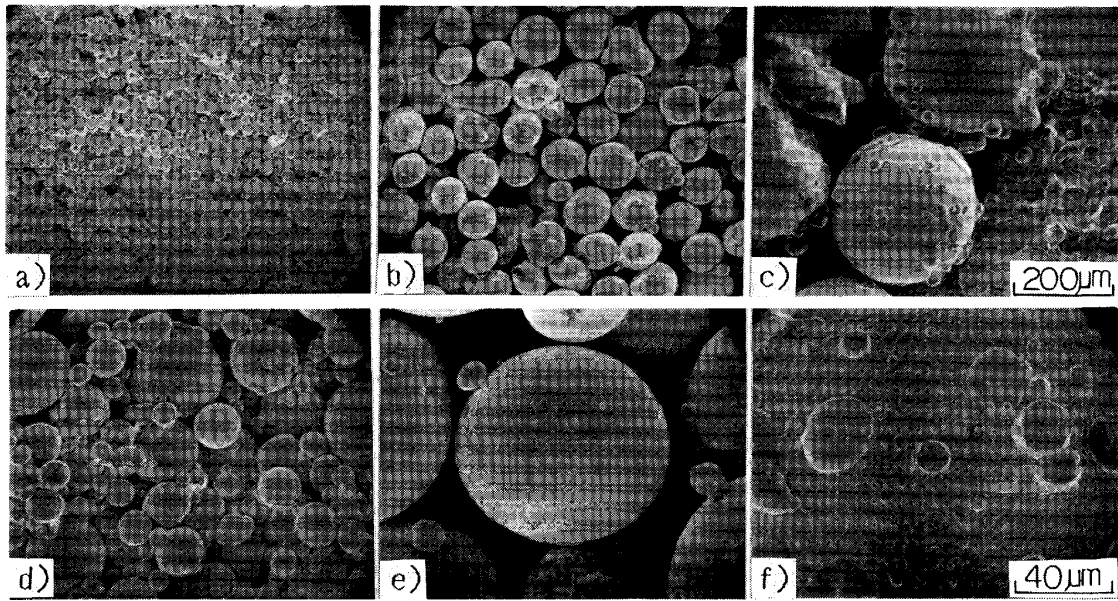
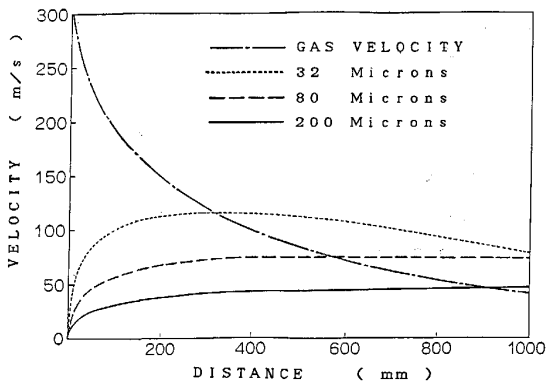
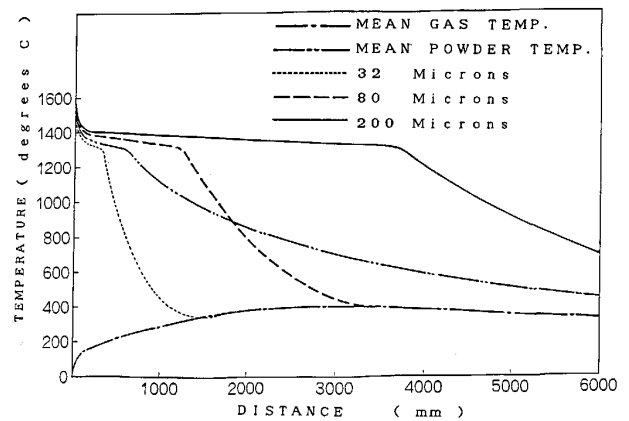
a) 45 μm > b) 75-106 μm c) 250 μm < d) 45 μm > e) 75-106 μm f) 250 μm <

Photo. 2. Photographs of powders.

Fig. 3. Velocities in spray (Cobalt)¹⁰.Fig. 4. Temperatures in spray (Cobalt)¹⁰.

る¹⁰). 粒子溶滴状態からガスによる抜熱によつて急激に冷却される. その後の温度低下は液相線から固相線までは凝固潜熱発生のため遅くなる. 熱容量の少ない 32 μm の粒子は短距離で粒子温度が低下し, 1300 mm 付近でガス温度に等しくなる. 一方, 200 μm の粒子は約 3500 mm まで飛行しても凝固を完了していない. また平均的な粒子サイズの 80 μm の粒子においても 1000 mm までは凝固完了していない. これら粒子群を平均的には半溶融の状態で堆積させるのが重要であり, これを実現させるために粒子を受ける位置での温度をスプレイの期間中ずつと適当な値に一定になるようコントロールしている.

2.2.4 冷却速度

オスプレイ法で得られる冷却速度は, 粒子の温度解析

結果からすると, 32 μm の粒子の場合で 10^5 K/s であり, 80 μm の場合は, $10^3 \sim 10^4$ K/s である¹⁰. 一方, プリフォームで観察されたデンドライトアーム間隔の測定結果から得られた冷却速度は最大 $10^3 \sim 10^4$ K/s であり¹¹, 平均的な粒子サイズの 80 μm の解析結果とほぼ対応している.

以上, 冷却速度は材料, オスプレイパラメーター等で異なるが, 健全なプリフォームを作成した時の冷却速度は $10^2 \sim 10^5$ K/s の値にあると予想される.

2.2.5 凝固形態

急冷凝固で高密度のプリフォームを得るための凝固形態について SINGER ら¹²) は次のように説明している. すなわち Fig. 5 に示すように平均的には半溶融状態の粒

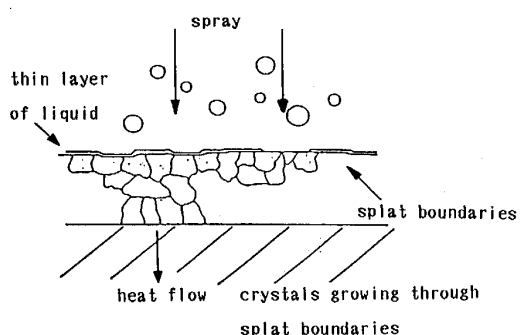


Fig. 5. Schematic view of incremental solidification¹²⁾.

子群がそれまでの粒子群の堆積によつて形成されたプリフォーム表面上の薄い半溶融膜上に衝突する。同時に、この溶融膜は、コレクター側への熱移動、ガスによる冷却により膜厚みが厚くならない内に凝固終了する。このように粒子群によつて薄い溶融膜が逐次補充されながら凝固が進行する。これを SINGER らは Incremental solidification と呼んでいる。この結果マクロ偏析がなく、結晶粒の微細な組織がプリフォーム全肉厚を通して得られる。

この凝固形態が条件によつて悪くなると、溶融膜が厚くなりすぎて普通の鑄造状態に近くなり引け巣、マクロ偏析等の鑄造欠陥が生じる。一方、半溶融膜が薄くなりすぎると粒子同志が融合しなくなりポロシティーの発生やガスの巻き込み等の欠陥が生じる。

3. ロール製造におけるオスプレイ法の特徴

3.1 鑄造法とオスプレイ法との比較

オスプレイ法によるロール製造が鑄造ロールに比べてどのような特徴があるか列挙すると、

<長所>

- 1) 高合金の成分系が製造できる。
- 2) 急冷凝固によつて微細組織が容易に得られる。
- 3) マクロ偏析、引け巣等の鑄造欠陥がない。
- 4) その結果、機械加工、鍛造等の2次加工性が良くなる。

<短所>

- 1) 鑄造に比べ若干コスト高となることもある。
- 2) 歩留りが少し悪くなる。

となる。

3.2 ロール材質に要求される特性

一方、高合金のロール材質として要求される特性は、

- 1) 耐肌荒性
- 2) 耐クラック性

3) 耐摩耗性

4) 耐割損性

等があり、オスプレイ法によつて、これらの特性が、これまでの鑄造ロールに比べて格段に向上することが期待される。

4. 実験方法および結果

試験材質として高炭素ハイス（主元素は、C:2.5, V:6.0）を選定し、この高合金の材質がオスプレイ法によつてどのような特性を有するのか、鑄造法と比較して検討した。

4.1 オスプレイプリフォーム特性

オスプレイパラメーターのうちアトマイズガス圧力、溶湯温度を変化させた時のプリフォーム特性であるマイクロ組織、密度、機械的性質等について調査した。

Table 1 に、本実験で使用したオスプレイ条件を示す。

4.1.1 ミクロ組織

Photo. 3 に金型鑄造（100φ(OD)×40φ(ID)×500 l の外周から 10 mm の所から採取）組織、Photo. 4 に Table 1 に示した条件で作成したオスプレイプリフォームの組織を示す。

鑄造組織は、Photo. 3 に示すように炭化物と考えられる 10~30 μm の棒状、針状の析出物が多く、その分

Table 1. Osprey conditions.

Experiment	Atomize gas pressure (Pa)	Molten metal temperature (K)
A	$P \times 1.2$	$T - \alpha$
B	$P \times 1.2$	T
C	P	T
D	$P \times 0.8$	T
E	$P \times 0.8$	$T + \alpha$

P: Adequate pressure (Pa)
T: Adequate temperature (K)
 α : Variable temperature (K)

Adequate condition: High density condition as deposited preform

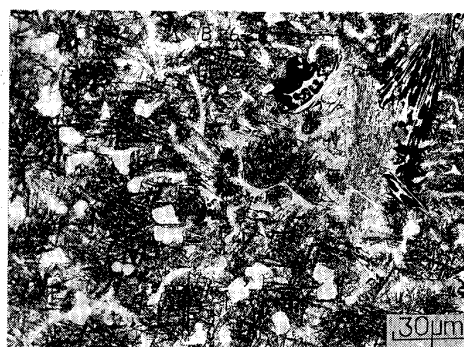
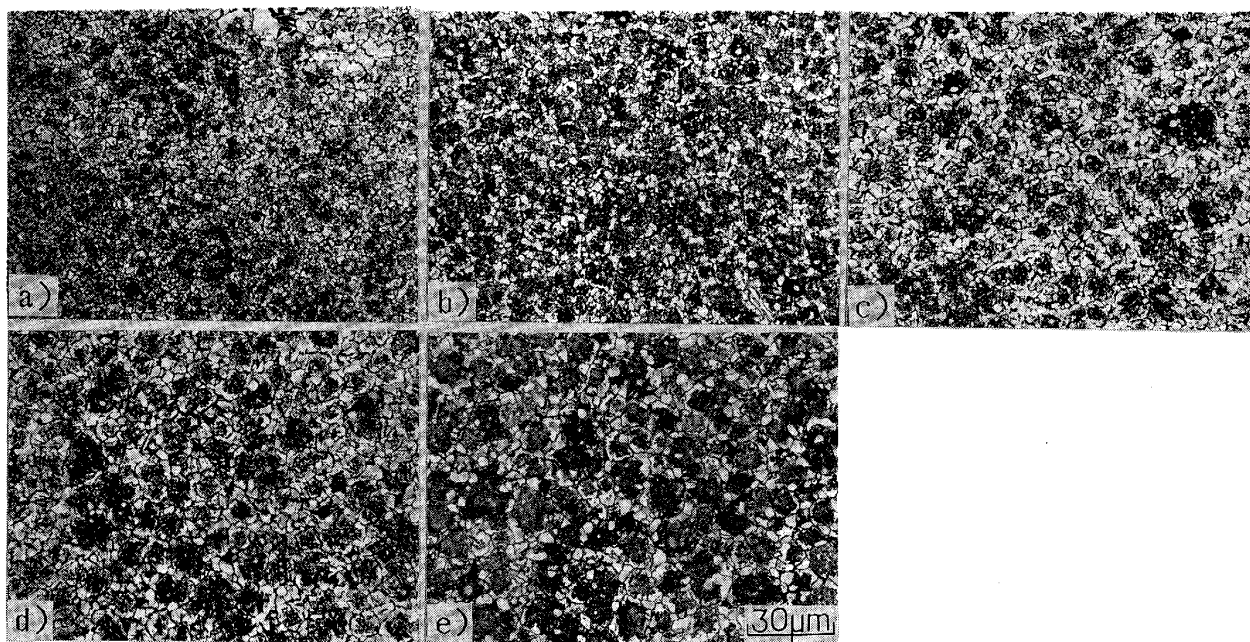


Photo. 3. Microstructure of Ingot (Conventional chill cast).



a) A-condition b) B-condition c) C-condition d) D-condition e) E-condition

Photo. 4. Microstructures of Osprey preforms.

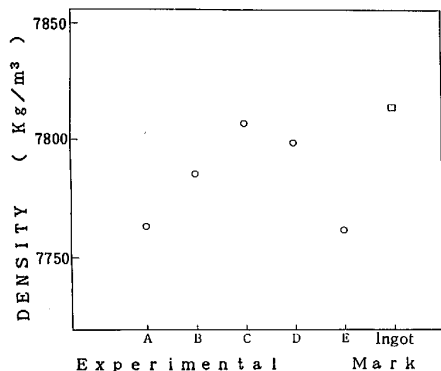


Fig. 6. Density of Osprey preforms (As deposited).

布も不均一である。

一方、オスプレイ組織は Photo. 4 に示すように炭化物と考えられる析出物は球状、角状となり、結晶粒も微細・均一になる。また、オスプレイ条件による組織の差は、ガス圧力を上げ、溶湯温度を下げた Cold な条件 A からガス圧力を下げ、溶湯温度を上げた Hot な条件 E になるにつれて微細ではあるが、結晶粒、炭化物が大きくなる傾向にある。このようにオスプレイ条件を変化させることにより金属組織を自由にコントロールできることを確認した。

4.1.2 プリフォーム密度

Fig. 6 に 鑄造材およびオスプレイ条件を変化させた

時のプリフォーム密度の測定結果を示す。最適条件 C のプリフォーム密度は鑄造材に対して 99.9% となり鑄造材と同程度の密度が得られている。一方、条件 A, E の場合でも 99.3% と、99% 以上の密度が確保されている。

なお条件 A, E 等での密度低下はポロシティーによるものと考えられる。条件 A でのポロシティーは微細なブドウ状のものである。一方、条件 E の場合には引け巣のようなものであり球状の比較的大きいものが多い。

以上のようにオスプレイ条件によつてはポロシティーが生じ密度が低下するが、条件をコントロールすることにより 99.9% 以上の高密度のプリフォームが得られる。

4.2 プリフォームの機械的性質

機械的性質、特にロール特性として重要な抗折力、摩擦特性について調査した。なお試験に供した試料は、As deposited 材および HIP、熱処理を加えたものである。

4.2.1 抗折力試験結果

Fig. 7 はオスプレイ条件と抗折力との関係を示したものである。なお抗折力試験は 3 点曲げにて行つた。

As deposited 材は鑄造ロール（鑄造後熱処理を加えたもの）に比べて抗折力が高くなつており、また結晶粒の細かいものほど抗折力は上昇している。さらに HIP、

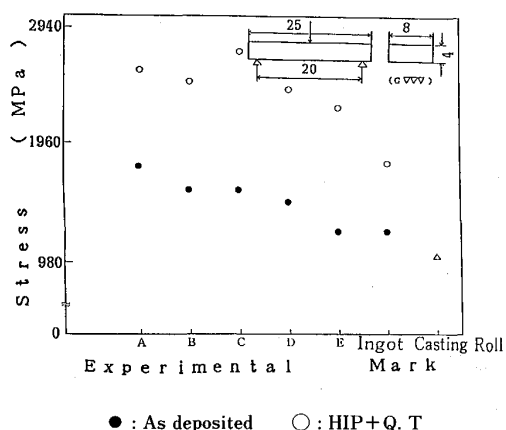


Fig. 7. Mechanical properties of preforms.

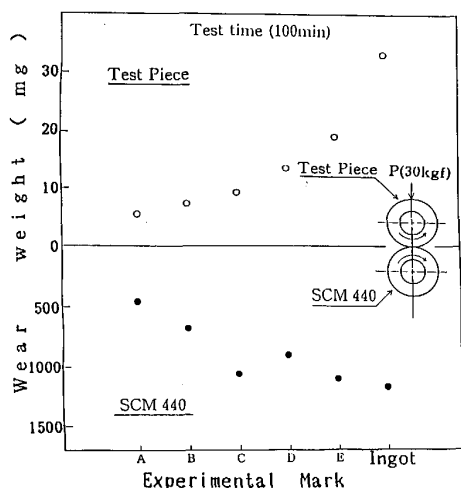


Fig. 8. Results of wear test (NISHIBARA type).

熱処理を施すことにより抗折力は 2 250~2 740 MPa となり強度的に十分満足なものが得られた。さらに成分設計、2 次加工等を検討することにより、より高強度のものが期待できる。

4.2.2 摩耗試験結果

Fig. 8 に西原式摩耗試験結果を示す。供試材は熱処理により硬度 H_{RC} 63~64 になるよう調整した。

鑄造材に比べてオスプレイ材の摩耗量は約 1/2~1/6 に減少している。またオスプレイ材の中でも結晶粒の細かい組織の方が摩耗量が少ないことが分かる。この理由としては炭化物の微細・均一な析出、結晶粒の微細化によるものと考えられる。

以上のように摩耗特性には炭化物の析出が重要な役割を果たしている。以下この炭化物の X 線回折、EPMA 分析、マイクロ組織について検討した結果を示す。

(1) X 線回折結果

Fig. 9 に鑄造材とオスプレイ材との X 線回折結果を

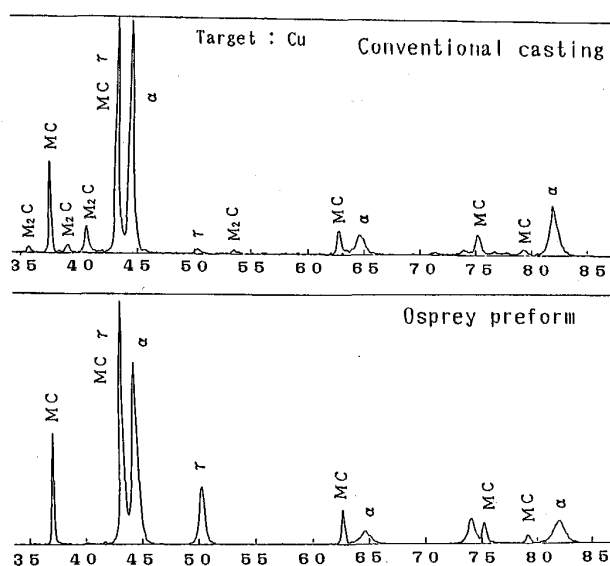


Fig. 9. X-ray diffraction pattern.

示す。鑄造材とオスプレイ材の大きな相異点は、鑄造材では MC 型と M_2C 型の炭化物が確認できるがオスプレイ材では MC 型のみであり、 M_2C 型の共晶炭化物は確認できない^{13)~16)}。一方、残留オーステナイト量はオスプレイ材の方が多くなっている。これらの結果は凝固速度の違いによるものと考えられる。

(2) EPMA 分析結果

Photo. 5, 6 に EPMA による元素分析結果を示す。鑄造材で見られる星型のものは元素分析から V を主体とした MC 型炭化物で、棒状あるいは針状の析出物は M_2C 型の共晶炭化物であると考えられる。一方、オスプレイ材は数 μm 程度の微細 MC 型炭化物が均一に分布していることが分かる。

以上のように鑄造材とオスプレイ材では、炭化物の種類、大きさ、分布状態が大きく異なることが分かった。

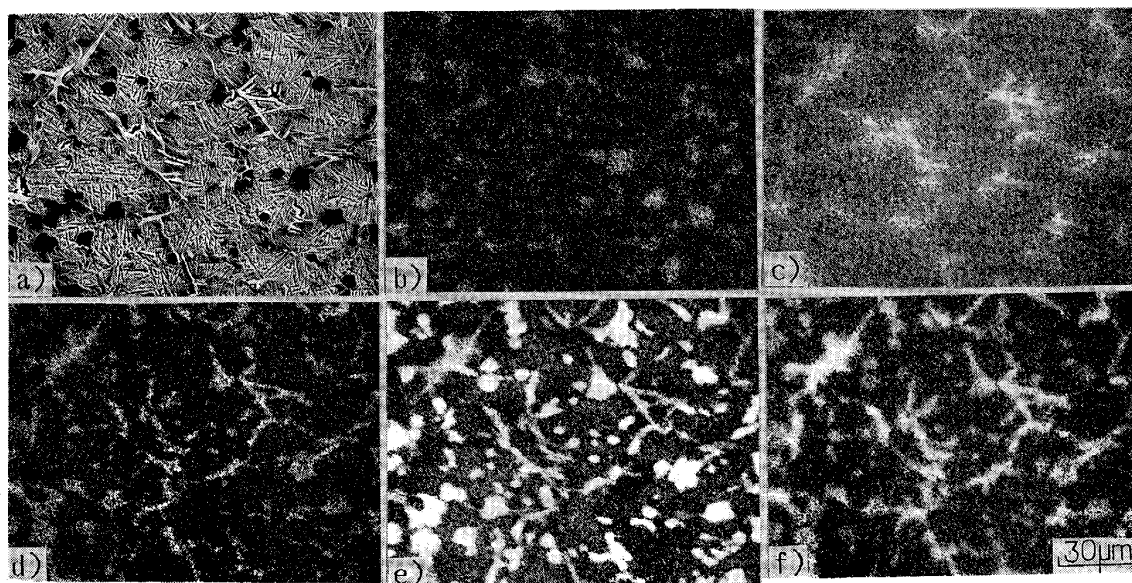
(3) ミクロ組織

Photo. 7 に摩耗試験に供した試料の摩耗断面の組織を示す。オスプレイ条件によつて摩耗面表面に占める炭化物の占有面積が異なっており、微細炭化物の多いほど占有面積が大きい。微細炭化物の多いほど摩耗量が少なかったのは、この理由によるものと考えられる。

5. 圧延テスト結果

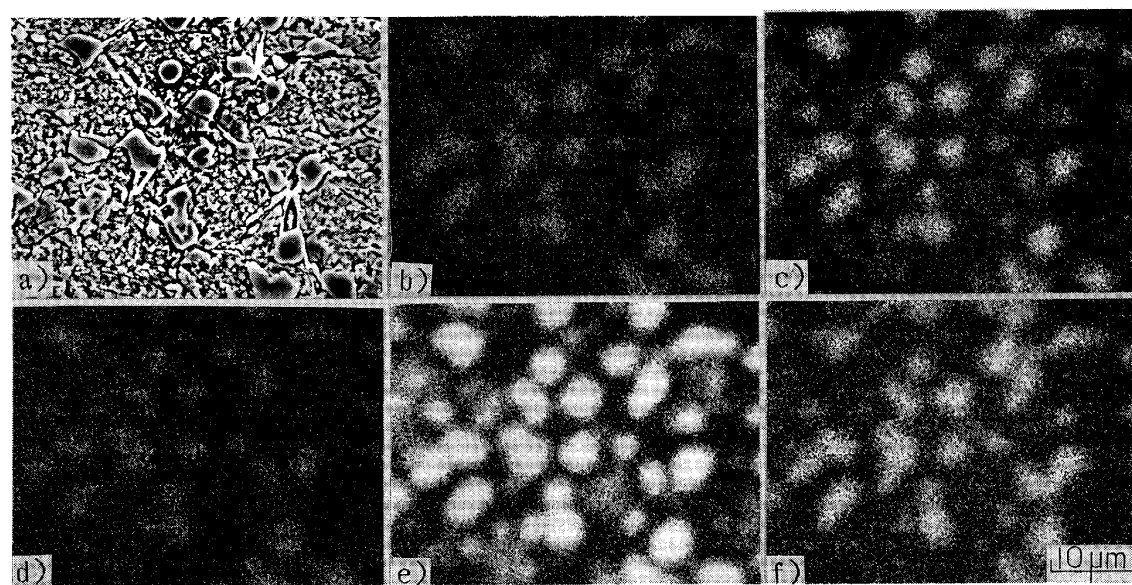
Photo. 8 にオスプレイ法で製造し実際の圧延に使用したロールの外観写真を示す。また、Table 2 に圧延実績の一例を示す。

このように、オスプレイ・ハイスロールは、従来の溶製ハイスロールに対して 2~3 倍の寿命を得ている。



a) SEM b) C c) Cr d) W e) V f) Mo

Photo. 5. SEM photograph and X-ray images (Conventional casting).



a) SEM b) C c) Cr d) W e) V f) Mo

Photo. 6. SEM photograph and X-ray images (Osprey preforms).

Table 2. Rolling performance.

Stand	Osprey roll (High speed tool steel)	Conventional roll (High speed tool steel)
Wire-rod mill (A)	90~110	30~ 50
Wire-rod mill (B)	280~300	110~120

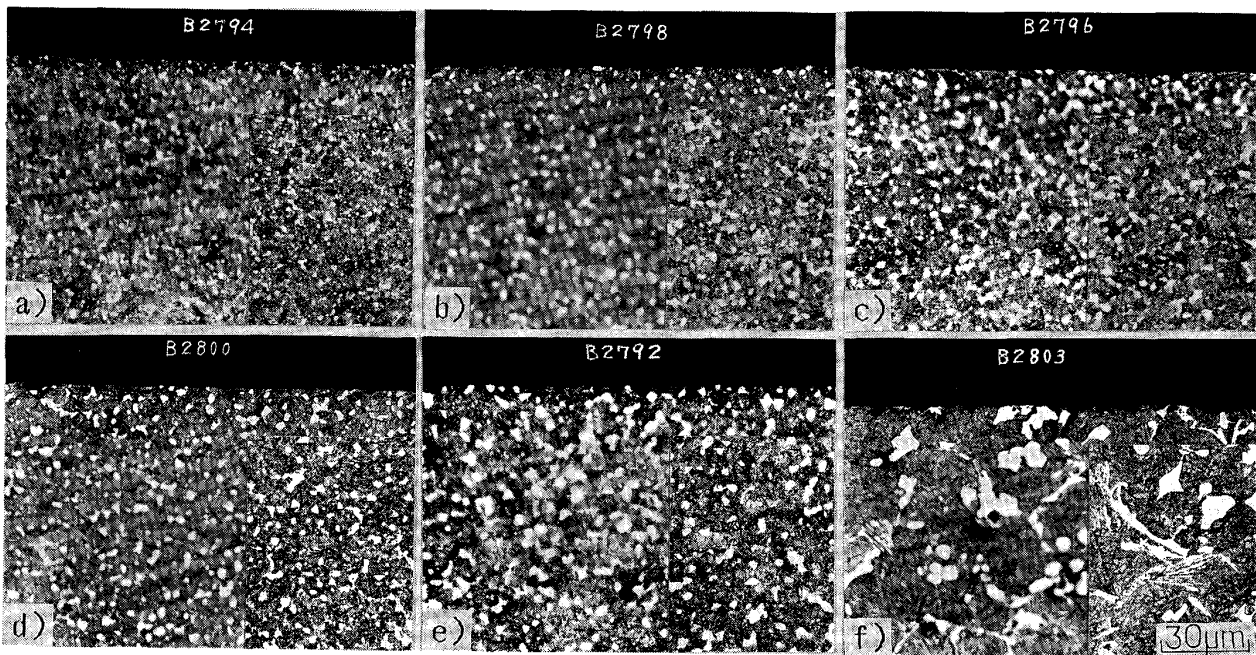
以上のようにオスプレイロールは、溶製ロールに比べて良好な結果を示しているが、圧延においてはスタンドごとに圧延条件が異なっており、スタンドごとに最適な

材質選定、後処理等を施すことにより、さらにオスプレイロールの特性向上が期待できる。

6. 結 言

高炭素ハイスにオスプレイ法を適用したことにより、これまでの铸造ロールに対して良好な結果が得られた。以下に、今回の試験で得られた結果を要約する。

1) オスプレイ条件であるアトマイズガス圧力および溶湯温度を変化させることにより結晶粒の大きさをコン



a) Sample-A b) Sample-B c) Sample-C d) Sample-D e) Sample-E f) Ingot

Photo. 7. Microstructures of wear test specimens.

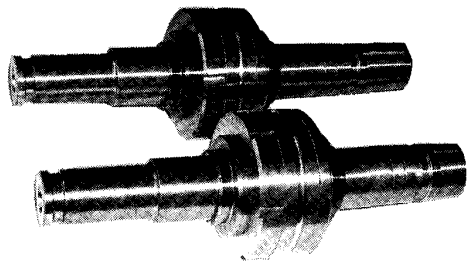


Photo. 8. Photograph of mill rolls.

トロールでき、数 μm の微細結晶粒が得られた。

2) オスプレイ法によつて、鑄造材のような棒状、および針状の大型炭化物は析出せず、球状、および角状の微細炭化物が均一に析出した。

3) オスプレイプリフォームの As deposited での密度は最適条件で 99.9% が得られた。

4) 抗折力は、鑄造材に比べて格段に向上し、2 250 ~ 2 740 MPa と十分な結果が得られた。材質、後処理方法を検討することにより、さらに高強度のものが期待できる。

5) 西原式摩耗試験の結果では、鑄造材に比べて摩耗量が 1/2 ~ 1/6 に減少した。

6) 実際の圧延テストでも従来の鑄造ロールに比べてオスプレイロールの寿命は 2 倍以上伸びた。

文 献

- 1) 特公昭 54-29985
- 2) 特公昭 56-12220
- 3) G. BROOKS, A. G. LEATHAM and J. COOMBS: *Modern Powder Report*, 42 (1987), p. 712
- 4) A. G. LEATHAM and R. G. BROOKS: *Modern Developments in Powder Metallurgy*, 15 (1985), p. 157
- 5) G. GILLEN, P. MATHUR, D. APELIAN and A. LAWLEY: *Powder Metallurgy*, 42 (1986), p. 753
- 6) 伊丹 哲, 井川良雄, 安藤 剛, 熊谷 憲: *住友重機械技報*, 36 (1988), p. 10
- 7) 大中逸雄: 第 110・111 回西山記念技術講座 (日本鉄鋼協会編) (1986), p. 227
- 8) M. J. FLEETWOOD: *Met. Mater.* 3 (1987) 1, p. 14
- 9) 伊丹 哲, 井川良雄, 安藤 剛, 熊谷 憲: 日本金属学会分科会シンポジウム (第 V 総合分科) (1987)
- 10) S. CONNELLY, J. S. COOMBS and J. O. MEDWELL: *Modern Powder Report*, 41 (1986), p. 653
- 11) 伊丹 哲: 第 112 回塑性と加工シンポジウム (1988), p. 29
- 12) A. R. SINGER, R. W. EVANS: *Met. Technol.*, 10 (1983), p. 61
- 13) 新井 透, 小松 登: *鉄と鋼*, 58 (1972), p. 899
- 14) 滝沢貴久男, 土居 陽, 田村今男: *鉄と鋼*, 62 (1976), p. 380
- 15) 常陸美朝, 松田幸紀: *電気製鋼*, 58 (1987), p. 251
- 16) 内田憲正: *素形材*, 28 (1987) 12, p. 29