

マグネシウム合金切削屑を用いた多孔質金属の開発

愛知県産業技術研究所 工業技術部加工技術室

主任研究員 長田 貢一

(平成 18 年度一般研究開発助成 AF-2006017)

キーワード：マグネシウム合金、多孔質金属、発泡金属

1. 研究の目的と背景

世界規模の環境破壊や、石油資源の枯渇や価格高騰、CO₂削減および省エネルギーに対する社会的要請が高まるなか、輸送機器および産業機械の高機能化が求められている。その対策として構成部品には、軽量で高剛性な材料開発が必要とされている。マグネシウム合金は比重がアルミニウム合金の約 2/3 と軽量であり、実用合金中最軽量な金属材料として電子機器の筐体などを中心に利用が進んでいる。今後、軽量化による CO₂ 削減のため、特に輸送機器などの部品として、マグネシウム合金の使用は増加すると考えられている。その結果、ダイカスト製品の増加と共に機械加工により発生する切削屑は、年々増加している。この切削屑は、クーラントや切削油を用いないで加工すると加工熱によって発火の危険性がある。切削屑は非常に燃え易いため、その多くは燃焼廃棄されるなど取り扱いが困難であり有効なリサイクル技術の確立が必要とされている。

一方、金属材料の高機能化は、これまで合金化や塑性加工・熱処理などを用いた組織制御によって行われてきたが、多孔質構造を意図的に造り込むことで軽量、吸音、衝撃吸収などの新たな機能が発現するため、自動車衝突時の安全を確保するための衝撃吸収材や土木・建築用の吸音ボードなどの利用に向け様々な研究が試みられている^{1) 2)}。

本研究では、マグネシウム合金の利用増加に伴って増大する切削屑を有効利用し、塑性加工によるプリカーサ法^{3) 4)}を用い多孔質マグネシウム合金を作製する方法を検討した。

2. 実験方法

2.1 切削屑の調製

本実験に用いた原材料は、AZ91D マグネシウム合金に

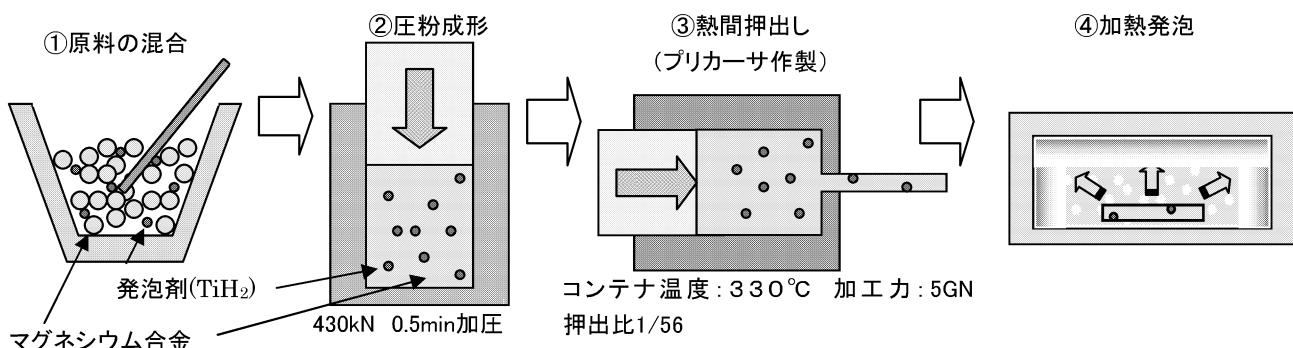


図 1 プリカーサ法による多孔質マグネシウム合金の作製

1mass%Ca を添加した難燃合金 AZX911 マグネシウム合金である。金型鋳造によって AZX911 マグネシウム合金を φ 60 × 240mm の円筒形に鋳造したものを φ 20mm までドライ旋削加工して切削屑を作製した。旋削屑は 1m を超える長尺ものを含んでいるため、株式会社製作所製搅拌混練装置にて自転回転数 300rpm、20min 間の条件で短尺化処理した（以下チップ状屑と呼ぶ）。この短尺化したチップ状屑を遊星ボールミル装置を用いて、表 1 に示す条件で微細化した。

比較試料として AZ91D マグネシウム合金のインゴットを金鋸盤で切断加工し、その時発生した切削屑を用いた。今回使用した AZ91D マグネシウム合金の化学組成を表 2 に示す。

表 1 AZX911 マグネシウム合金の微細化条件

○ 使用機器 : 伊藤製作所製 遊星ボールミル LP-1	○ 公転回転数 : 450rpm
○ 処理量 : 100 g / バッチ	○ 処理時間 : 20min
○ 使用ボール ・φ 20mm 鋼球: 12 個(388g)	○ 0.6mm 筛いを通過
・φ 10mm 鋼球: 49 個(199g)	

表 2 AZ91D マグネシウム合金の化学組成(mass%)

Al	Zn	Mn	Si	Cu	Ni	Fe	Mg
9.22	0.71	0.21	0.03	0.0012	0.002	0.003	Bal.

2.2 プリカーサ法による多孔質マグネシウム合金の作製

図 1 にプリカーサ法による多孔質マグネシウム合金の作製方法の概要を示す。マグネシウム合金粉末と発泡剤の水素化チタン(TiH₂、粒度 45 μ m)粉末を混合搅拌した後、φ 60mm 金型に充填した後 φ 60mm パンチで 430kN の荷重で 0.5min 間加圧して圧粉成形した。2 個の成形体を 1 ビレットとして、加工力 5GN の熱間押出

③熱間押出し
(プリカーサ作製)

④加熱発泡

コンテナ温度: 330°C 加工力: 5GN
押出比1/56

加工装置を用いて、コンテナ温度 603K、押出比 56 の条件下で $\phi 8\text{mm}$ の押出し材を作製し、プリカーサとした。プリカーサは長さ 10mm に切断し、SF₆ガス 6m L/min および CO₂ガス 2L/min を混合した防燃ガス雰囲気のマッフル炉中で加熱温度 743~993K、加熱時間 1~30min の条件で発泡させた。

2.3 ガスバーナによる発泡

従来の発泡方法は、図 1 ④(加熱発泡)に示すようにマッフル炉などのヒータを用いたり³⁾、高周波誘導加熱⁴⁾などによりプリカーサを加熱してきた。マグネシウム合金は一般に発火温度が低く、条件によっては融点以下の温度で発火する。しかし、AZX911 マグネシウム合金は、液相線が 590°C 付近であるのに対し発火点が 700°C 以上であるため、容易には発火しない。そこで、最高火炎温度 1500°C、ガス消費量 100g/h のアウトドア用トーチバーナ(イワタニ・プリムス(株) TB-72)を用いて大気中で急加熱した。加熱時間と発泡状況の観察のため、 $\phi 8\text{mm} \times 10\text{mm}$ に切断したプリカーサをデジタルカメラで動画観察した。動画面面への投影面積(初期の投影面積)を S₀ とし、加熱してから時間 t(s)経過した後の動画面面への投影面積を S(t)とする。比投影面積 S_n(t)を次のように定義し、発泡状態の指標とした⁴⁾。

$$S_n(t) = S(t)/S_0$$

2.4 組織観察

ボールミル処理した各マグネシウム合金切削屑および TiH₂の形状を SEM により観察した。また、プリカーサ中の TiH₂の分散状態を調べるため、光学顕微鏡で組織観察した。

3. 実験結果および考察

3.1 切削屑の調製とプリカーサの作製

図 2(a)にボールミル処理した AZX911 マグネシウム合金粉、図 2(b)に金鋸盤での AZ91D マグネシウム合金切削屑、図 2(c)に発泡剤(TiH₂)の SEM 写真を示す。図 2(a)のボールミル処理した AZX911 マグネシウム合金粉は、切削方向に垂直な方向に細長い矩形状である。切削方向に多数の線状痕が生じ破断しやすいためだが、ボールミル装置の衝撃力により、切削方向に垂直な方向にも短尺化が図られた。

次に、このチップ状屑の圧粉固化の検討を行った。処理量を 1/2、1/4 に減量して、万能試験機の限界に近い圧縮荷重 900kN で加圧したり、短尺化処理時間を 60min として微細化を図っても、圧粉固化は不可能であった。そこで、チップ状屑については、遊星ボールミルを用いて表 1 の条件でさらに微細化し、1 バッチ 125g の粉碎量をアルミ箔に包んだ状態にして固化した。このとき、微細化度合いの判定基準を 0.6mm アンダーとすると、表 1 の条件の処理では 95%以上の微細化が可能であった。一方、AZ91D マグネシウム合金の金鋸盤による切削屑では、図 2(b)に示すように図 2(a)のボールミル処理した粉末とほぼ粒径が同じで、かぎ状の構造が互いに絡み合う効果により成形できた。成形は、1 バッチ 125g と

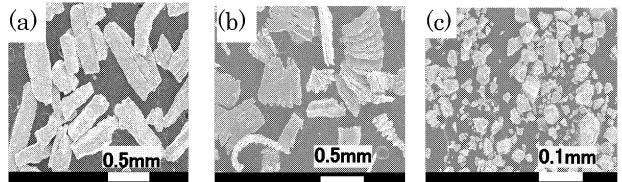


図 2 原材料の SEM 写真

(a) AZX911 マグネシウム合金 (b) AZ91D マグネシウム合金 (c) 発泡剤 (TiH₂)



図 3 プリカーサ(押出し材)作製用成形体
(AZX911 マグネシウム合金)

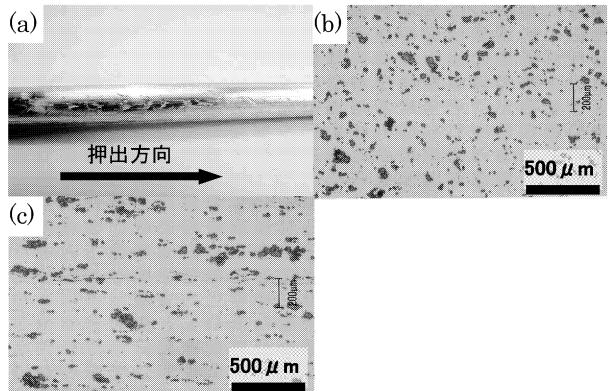


図 4 プリカーサの外観およびプリカーサ断面組織
(a)プリカーサ外観($\phi 8\text{mm}$) (b)押出方向に垂直な断面の組織 (c)押出し方向に平行な断面の組織
(AZ91D マグネシウム合金)

し、430kN で 0.5min 間の加圧条件で行い、また、AZX911 同様アルミ箔のラッピング処理を行うことで切削屑が解れて散逸することや、直接大気と接することを防止した。

図 3 は、上記方法により AZX911 マグネシウム合金切削屑を $\phi 60\text{mm}$ 高さ約 30mm に圧粉成形したプリカーサ作製用の成形体を示す。外周は、アルミ箔によりラッピングされ、破れずに成形体の表面を強固に形成し、かつ、崩れやすい微粉末の散逸防止効果があった。各ビレットは、図 3 の成形体を 2 個重ねてさらにアルミ箔で包み 1 ビレット($\phi 60 \times 60\text{mm}$)とした。

このビレットから図 1 ③に示す方法で供試材のプリカーサを作製した。図 4 に、(a)プリカーサの外観、(b)押出

方向に平行なプリカーサの断面組織、(c)押出方向に垂直なプリカーサの断面組織を示す。図4(c)では押出方向に局所的に TiH_2 が並ぶ傾向があるが、押出方向に垂直な断面では、図4(b)に示すように均一に分布していた。

3.2 プリカーサ発泡方法

AZ91D マグネシウム合金プリカーサは、防燃ガス雰囲気のマッフル炉中で、750°Cまで加熱しても燃焼することなく発泡させることができたが²⁾、大気中の加熱では燃焼した。マッフル炉による加熱の方法としては予め炉を所定の温度に加熱しておき、そこにプリカーサを装入して所定時間後に取り出し、10mm厚の銅板に乗せ空冷した。図5に、600°Cに加熱したマッフル炉にプリカーサを装入して加熱したときの、プリカーサの温度と加熱時間の関係を示す。約3minで所定温度の600°Cに達した。このとき、AZ91D マグネシウム合金の固相線の470°Cおよび液相線の590°Cに相当する吸熱反応による温度上昇の停留箇所がみられた。また、加熱温度・加熱時間を種々変えても気孔率が45%前後であった²⁾。この方法で2、10mass% TiH_2 添加のAZ91D マグネシウム合金および5mass% TiH_2 添加 AZX911 マグネシウム合金の3種のプリカーサの発泡の検討を行ったがいずれも同様の結果を示した。

次に、ガスバーナによる発泡方法を試みた。その結果、AZ91D マグネシウム合金のプリカーサは容易に燃焼したのに対し、AZX911 マグネシウム合金を用いたプリカーサは、燃焼せず発泡させることができた。さらに、AZX911 マグネシウム合金プリカーサを金型に充填しての発泡成形性を検討した。多孔質体の作製例を図6に示す。

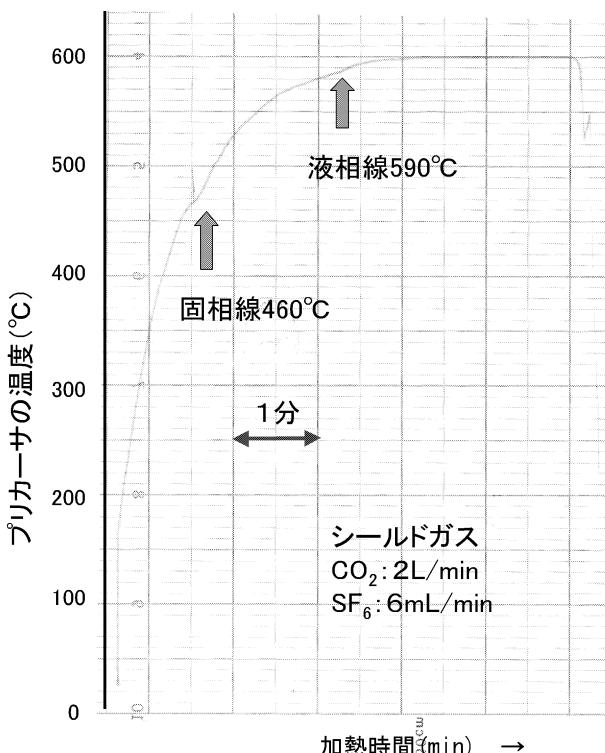


図5 プリカーサの温度と加熱時間の関係
(AZ91D マグネシウム合金)

す。この多孔質体の密度は $0.67Mg/m^3$ であり、気孔率は63%であった。図6(a)は、円筒形鋼製金型にプリカーサ2個を挿入した様子を示し、図6(b)はそれをバーナ加熱し発泡した状況を示し、図6(c)では作製した多孔質体(気孔率 63%)を示す。図6(b)ではプリカーサのつなぎ目が観察されたが、強固に接合され、金型への充填成形の可能性を見出せた。このことは、大気中でガス溶接のよう

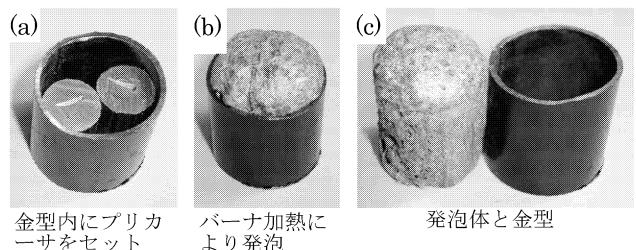


図6 多孔質体作製例(AZX911 マグネシウム合金)

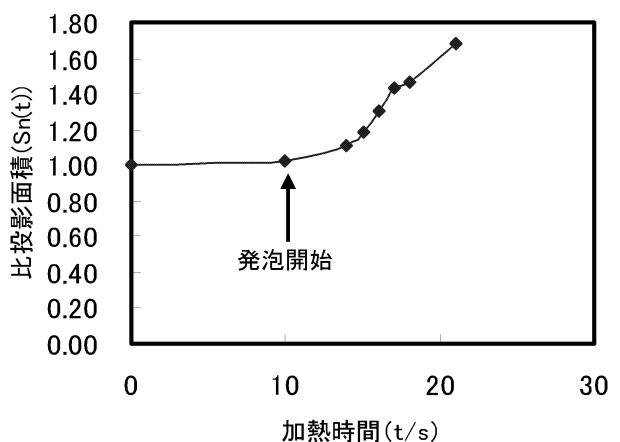


図7 ガスバーナ加熱におけるプリカーサの発泡状況
(AZX911 マグネシウム合金)

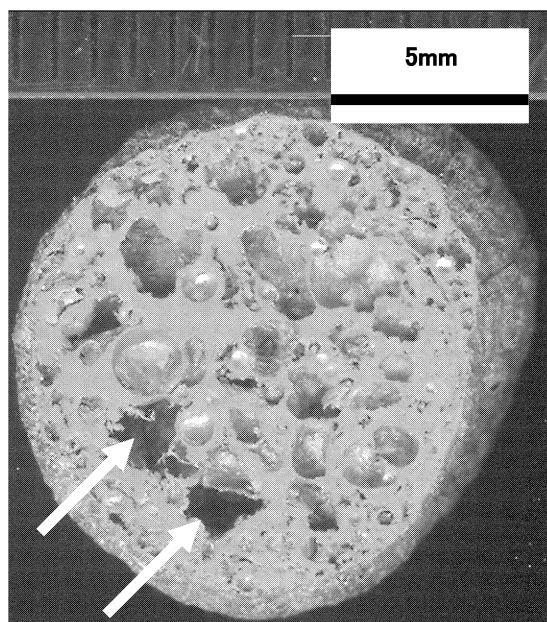


図8 多孔質 AZX911 マグネシウム合金(気孔率 55%)

に多孔質体を簡易に成形できることを明らかにしたもので、真空加熱炉やマッフル炉にシールドガスを導入するといった設備を必要としないために、AZX911 マグネシウム合金切削屑を用いることでプリカーサの発泡の向上が図られるものと考えられる。

本方法による加熱時間と発泡状況の関係を調べた。図7は、ガスバーナによる発泡における加熱時間と発泡状況を、比投影面積と加熱時間の関係により示したものである。発泡状況の動画を解析して、加熱を始めてから既に10s後には図7の矢印に示すように発泡を開始し、21s後には比投影面積が1.68と極大となっている。すなわちマッフル炉での加熱が所定の温度600°Cに達するまで約3minであるのに対し、発泡に要する時間が1/18～1/9に短縮されているのがわかる。図8に、多孔質マグネシウム合金のガスバーナによる作製例の断面組織を示す。独立気孔であるものもいくつか見受けられるが、図中矢印で示した2つの気孔は断面部では分断されているが、その奥でつながっており、元々独立気孔であったものが発泡過程の進行段階で互いの隔壁が気泡の膨張力に耐えられずに破断して連通孔となったと考えられる。

なお、本実験では十分な気孔を生成できる発泡剤を添加しているにもかかわらず、平均の気孔率が40%程度であり、最大でも63%と少なかった。気孔隔壁の破断による連通孔の連続発生によって、発泡剤から解離した水素ガスが発泡に寄与することなく外気に放散したと考えられる。また、その際、図4(C)から分かるように押し出し方向に発泡剤が直線的に密に並んでいることが発泡による気孔を連続的に繋げ、発泡した水素ガスを有効に利用できない原因の1つになっていると考えられる。

なお、今回の実験では気孔率は、63%が最大であった。しかしながら、加熱発泡中のプリカーサをすぐさま水中に投じたところ、瞬時に気孔率が増大し、気孔率90%（比重0.19）の多孔質体が得られた。さらに高気孔率の多孔

質体の作製を可能にする新たな要因が存在すると考えられ、今後の課題としたい。

4. 結び

AZX911 マグネシウム合金の切削屑を原料とするプリカーサ法による多孔質材料の作製方法を検討した結果、次のことが明らかとなった。

- (1) 旋削屑に対し遊星ボールミルによる微細化、圧粉成形および緻密化などの処理を行った結果、高密度なプリカーサが作製できた。
- (2) プリカーサをガスバーナ加熱する方法により最大で気孔率63%の多孔質体が作製できた。また、複数個プリカーサの発泡による金型充填成形の可能性が確認できた。
- (3) ガスバーナ加熱による発泡方法は、大気中での発泡が可能であり、マッフル炉での加熱に比べ約10倍の急加熱処理が可能であった。
- (4) 発泡のための加熱後、すぐさま水中急冷することで高気孔率90%以上の発泡体が作製できた。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり、助成を頂きました財團法人 天田金属加工機械技術振興財団に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 西誠治, 横井浩一, 有賀康博, 濱田猛, 内藤純也, 三好鉄二: R & D 神鋼製鋼技報, 54(1), 89(2004)
- 2) 謝振凱, 池田輝之, 奥田良行, 中島英雄: 日本金属学会誌, 67(11), 708(2003)
- 3) 長田貢一, 彦坂武夫: 愛知県産業技術研究所研究報告, 6, 48(2007)
- 4) 小橋眞, 前原一仁, 金武直幸: 軽金属, 59(5), 261(2009)