

研究論文

マグネシウム合金切削屑を用いた多孔質金属の開発

長田 貢一*¹、彦坂 武夫*²

Development of Porous Magnesium Alloy Recycled from Machined Chips

Koichi OSADA*¹ and Takeo HIKOSAKA*²Industrial Technology division, AITEC*^{1*2}

AZ91D マグネシウム合金および AZX911 マグネシウム合金の機械加工によって発生する切削屑を原材料として、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を検討した。特に AZX911 マグネシウム合金の発泡方法としてガスバーナ加熱を適用したところ、マグネシウムや AZ91D マグネシウム合金では発火と激しい燃焼のため不可能であった大気中での発泡が可能であることを見出した。気孔率は、発泡後の試料を大気中での自然放冷すると最大で 63% (密度 0.67Mg/m³) であり、また、水中急冷を施すことで最大 90% (密度 0.19Mg/m³) であった。

1. はじめに

世界的規模の環境破壊や、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中、輸送機器および産業機械の高機能化が求められている。その対策として製品の構成部品には、軽量で高剛性な材料開発が重要課題とされている。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。輸送機器などの部品は、今後、軽量化による環境対策を重点に省エネルギーおよび高性能化を図るため、マグネシウム合金の使用は増加する傾向にある。その結果、マグネシウム合金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、ドライ加工すると加工入熱によって発火の危険性がある。切削屑は非常に燃え易く容易に消火できないことや、不適切な貯蔵状態でも自然発火の恐れがあるなど、取り扱いが困難であり、その多くは燃焼廃棄されるなど有効なり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⁾。

本研究では、マグネシウム合金の利用増加に伴って発生する切削屑を活用し、塑性加工によるプリカーサ法²⁾

³⁾を用いて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 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 casting によって AZX911 マグネシウム合金を φ60 × 240mm の円筒形に casting したものを φ20mm 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、榊川製作所製攪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により、表 1 に示す条件で微細化した。

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	
○処理量 : 100g/バッチ	○公転回転数 : 450rpm
○処理時間 : 20min	
○使用ボール : Φ20mm 鋼球 : 12個(388g)	Φ10mm 鋼球 : 49 個(199g)
	○0.6mm 篩いを通す

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.

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。

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 125g と発泡剤の水素化チタン(TiH_2 , 粒度 $45\mu\text{m}$)粉末 2.5g を混合攪拌した後、 $\phi 60\text{mm}$ 金型に所定量を充填し $\phi 60\text{mm}$ パンチにより荷重 430kN で 0.5min 間加圧して成形体を得た。2 個の成形体を 1 ビレットとして、加工力 5GN の熱間押出加工装置を用いて、コンテナ温度 330°C 、押出比 1/56 の条件で $\phi 8\text{mm}$ の押し出し材を作製し、プリカーサとした。プリカーサは長さ 10mm に切断し、 SF_6 ガス 6mL/min および CO_2 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 $470\sim 720^\circ\text{C}$ 、加熱時間 1~30min の条件で発泡させた。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。

2.3 ガスバーナによる発泡

従来の発泡方法は、図1④(加熱発泡)に示すマッフル炉などのヒータを用いたり²⁾、高周波誘導加熱³⁾などによりプリカーサを加熱する方法が多く用いられてきた。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、最高火災温度 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)製 TB-72)を用いて大気中でプリカーサを急加熱した。加熱時間と発泡状況の観察のため、加熱状態のプリカーサをデジタルカメラで動画観察した。動画画面への投影面積(初期の投影面積)を S_0 とし、加熱してから所定時間 $t(\text{s})$ 経過した後の動画画面への投影面積を $S(t)$ 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³⁾。

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

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 TiH_2 の形状を SEM により観察した。また、プリカー

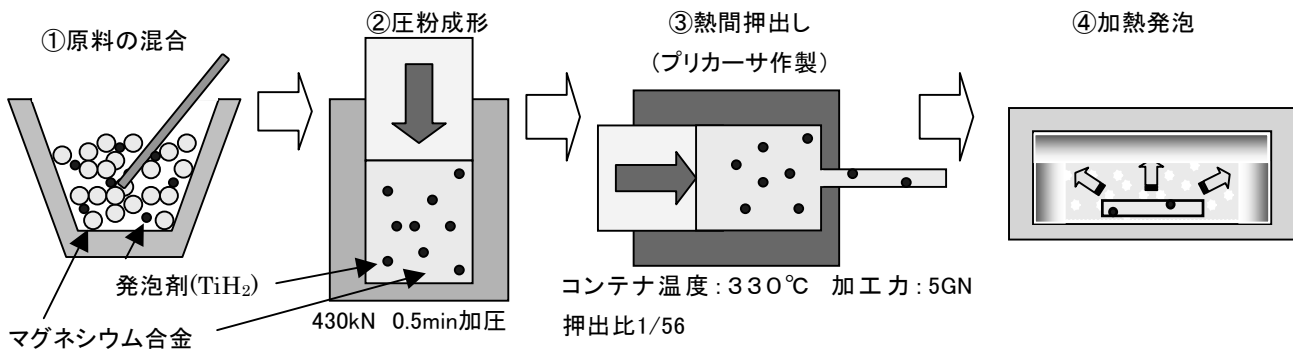


図1 プリカーサ法による多孔質マグネシウム合金の作製

サ中の TiH_2 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(TiH_2)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。一回の処理量を 1/2、1/4 に減量して、圧縮荷重 900kN、短尺化処理時間を 60min としてより一層微細化を図っても、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

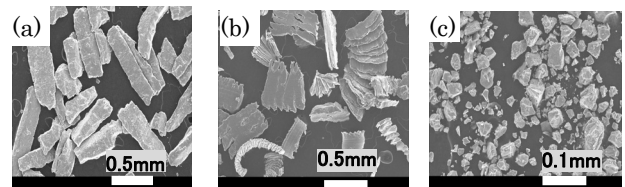


図2 原材料の SEM 写真

(a) AZX911 マグネシウム合金 (b) AZ91D マグネシウム合金 (c) 発泡剤 (TiH_2)

に微細化し、1 バッチ 125g の粉砕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%以上の微細化が図られた。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も、形態がかぎ状の構造であるため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 とし、430kN で 0.5min 間の加圧条件で行い、また、AZX911 同様アルミ箔によるラッピング処理により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φ60mm 高さ約30mm に圧粉成形したプリカーサ作製の成形体を示す。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。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(φ60×60mm)とした。

このビレットから、熱間押し加工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)押し出方向に垂直なプリカーサの断面組織、(c)押し出方向にプリカーサの断面組織を示す。図4(c)では、押し出方向には局部的にTiH₂が配向する傾向があるが、押し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。



図3 プリカーサ作製用成形体(AZX911 マグネシウム合金)

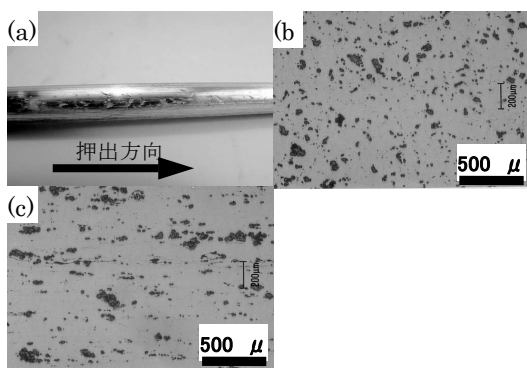


図4 プリカーサの外観およびプリカーサ断面組織
(a)プリカーサ外観(φ8mm) (b)押し出方向に垂直な断面の組織 (c)押し出し方向に平行な断面の組織
(AZX911 マグネシウム合金)

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℃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。図5に、600℃のマッフル炉にプリカーサに熱電対を挿入して加熱したときの、プリカーサの加熱時間と温度の関係を示す。約3minで所定温度の600℃に達した。このとき、AZ91D マグネシウム合金の固相線の460℃および液相線の590℃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。この場合の気孔率は、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⁾。同様に2、10mass%TiH₂添加のAZ91D マグネシウム合金および5mass%TiH₂添加AZX911 マグネシウム合金の3種のプリカーサを対象に発泡方法を検討し

たが、いずれも同様の結果を示した。

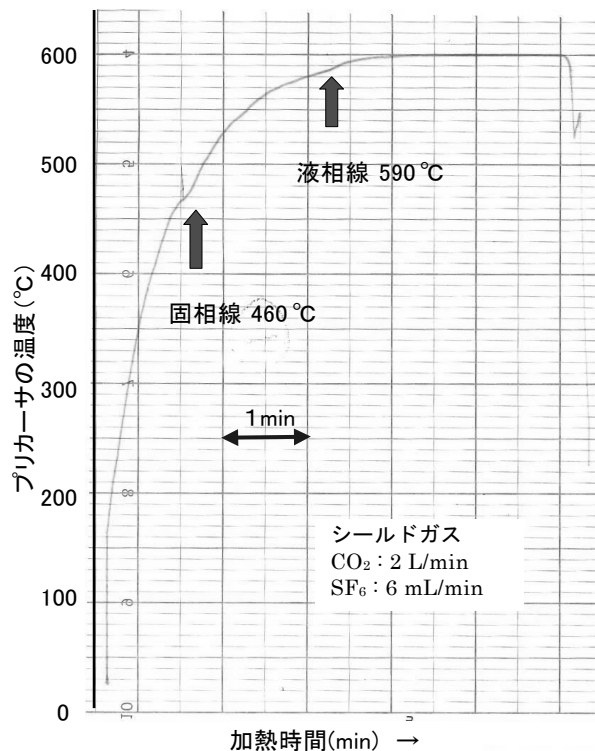


図5 プリカーサの加熱時間と温度の関係
(AZ91D マグネシウム合金)

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 マグネシウム合金のプリカーサは、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円筒金型に挿入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。この多孔質体の密度は0.67Mg/m³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した。このことは、大気中でガス溶接のように多孔質体を簡易に成形できることを見出した。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、また、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性の向上が

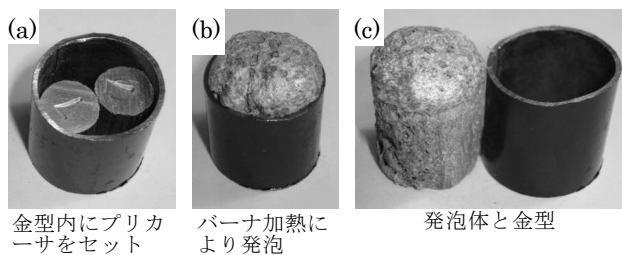


図6 多孔質体作製例(AZX911 マグネシウム合金)

図られ、簡単に多孔質金属が得られると考えられる。

なお、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、ガスバーナによるプリカーサの加熱時間と発泡状況を、比投影面積と加熱時間の関係を示す。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uffle炉での加熱が所定の温度600℃に達するまで約3minであるのに対し、1/10発泡に要する時間が短縮されているのがわかる。図8に、ガスバーナによる多孔質マグネシウム合金の断面組織を示す。独立気孔であるものもいくつか存在し、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。

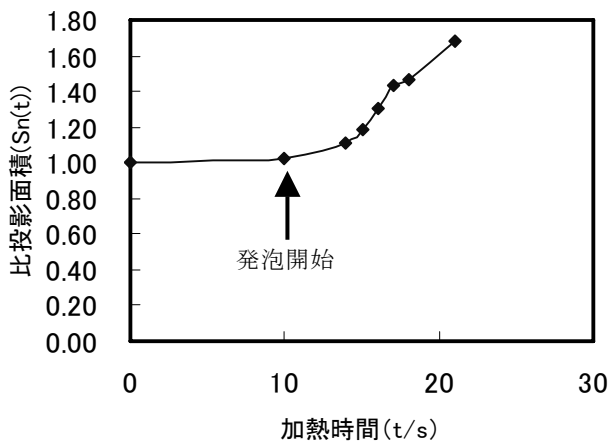


図7 ガスバーナ加熱におけるプリカーサの発泡状況 (AZX911 マグネシウム合金)

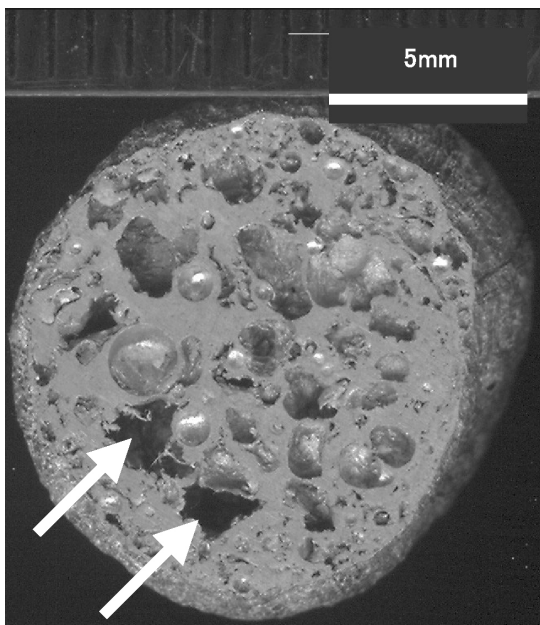


図8 多孔質 AZX911 マグネシウム合金(気孔率 55%)

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、平均気孔率が40%程度であり、最大でも63%と少なかったことは、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つと考えられる。

なお、今回の実験では発泡後の試料は大気中放冷状態であったが、一層の発泡率の向上を図るため、水中投入による急冷を行った。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% (0.19Mg/m³) の多孔質体が得られた。そのため、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) 旋削屑を用いて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) プリカーサのガスバーナ加熱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を確認できた。
- (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uffle炉での加熱に比べ約10倍の急加熱処理が図られた。
- (4) 加熱処理後、直ちに水中急冷することで気孔率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団法人 天田金属加工機械技術振興財団に深く感謝いたします。

文献

- 1) 西誠治, 榎井浩一, 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, 濱口裕昭: 愛知県産業技術研究所研究報告, **7**, 48(2008)
- 4) 小橋眞, 前原一仁, 金武直幸: 軽金属, **59**(5), 261(2009)