

平成 21 年 6 月 5 日現在

研究種目：基盤研究 (C)  
 研究期間：2007～2008  
 課題番号：19560098  
 研究課題名 (和文) 強化材予混合金属射出成形法による鑄造欠陥の低減と強度特性の向上  
 研究課題名 (英文) Defects Reduction and Strength Improvement by Fiber Reinforced Metal Injection Molding  
 研究代表者  
 尾崎 公一 (KOICHI OZAKI)  
 岡山県立大学・情報工学部・准教授  
 研究者番号：20224206

研究成果の概要：溶湯の取り扱いが容易なアルミニウム合金 (ADC12) を使った吸引式流動性試験を行い、SKD61 製金型内部における流動停止時間と流動長に及ぼす諸因子の効果を検討した。流動停止時間は吸引圧力の増加に伴い短くなるが、熱伝導のみを考慮した従来の式による予測値よりは長かった。全流動長は、吸引圧力の概ね 1/2 乗に比例して長くなるが、十分に溶湯が充満する領域の長さである充填部長は、ある吸引圧力以上で変化が緩慢となった。充填部長と流路等価直径の比は、ウェーバー数、レイノルズ数、溶湯温度比の関数として整理することが出来た。また、ADC12 合金の吸引式流動性試験に関する数値解析を行い、実験結果との比較により金型表面での熱抵抗値を逆解析した。その結果、金型表面での熱抵抗値を  $5\sim 6 \mu \text{m}^2\text{K/W}$  とした場合に、計算による流動長が実験結果に概ね一致した。引き続き、Mg 合金にアルミナ短繊維を混合した溶湯を作成し、流動長実験を試みる予定であったが、防燃を行いつつながらアルミナ短繊維を攪拌することが困難であったため、流動長実験は今後の課題とした。

AZ91D 粒子にアルミナ短繊維を混合した原料を作成し、これを Mg 合金射出成形機に直接投入して成形実験を行った。アルミナ短繊維の混合割合は 10mass% に固定し、成形品は厚さ 2.5mm の平板状に限定した。Mg 合金射出成形機内ではスクリュの回転により原料を輸送するため、これによる攪拌効果により、アルミナ短繊維は Mg 合金中に一様に分散されることが分かった。また、アルミナ短繊維混合 Mg 合金では、肉厚部でのヒケが生じにくかった。これは、アルミナ短繊維混合 Mg 合金の硬さが、通常材である AZ91D に比べて高いためと考えられる。一方、降伏点や引張強さに関しては、通常の AZ91D とほとんど変わらない結果であった。この原因は、アルミナ短繊維の混合割合が 10mass% (体積割合では約 5vol%) と低いためと考えられ、今後は、アルミナ短繊維の混合割合を増加させた場合について継続的に検討を行うこととした。

## 交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2007年度	1,300,000	390,000	1,690,000
2008年度	2,000,000	600,000	2,600,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,300,000	990,000	4,290,000

研究分野：工学

### 1. 研究開始当初の背景

マグネシウム合金(以下, Mg 合金と略)は, 軽量かつ高強度でかつリサイクル性に優れる環境調和型軽合金である. Mg 合金は塑性加工性に乏しいため, 鋳造による成形が大半を占めるが, 溶湯の防燃に温暖化ガスが必要とする. 一方, チクソモールディング法と呼ばれる射出成形法は, プラスチックの射出成形機と同じ構造の成形機を用いるものであり, ペレット状の固体原料をスクリュで搬送する間にシリンダーから加熱・熔融し, 金型内に射出成形後, 固体状の成形品として取り出す方法である. Mg 合金の溶湯が直接大気に触れることがなく安全であり, さらに温暖化ガスである SF<sub>6</sub> 防燃ガスを必要とせず環境に優しい特徴を有する.

チクソモールディング法は, 元来, 半熔融状態のマグネシウム合金にスクリュからのせん断力を加えて低粘性化する, いわゆるチクソトローピーを利用した成形法であったが, 電子機器筐体などの薄肉製品への適用がほとんどであり, 湯流れ性が重視されることから, 完全熔融となる温度条件で運転されることがほとんどである. しかしながら, 輸送用機器部品などの厚肉製品の成形に際しては, 湯先の乱れから巻き込み巣を生じやすいことが欠点であった.

この対策として, 半熔融成形法を検討したところ, 粘性の増加により湯先の乱れが抑制されて巻き込み巣が減少し, その結果, 成形品の密度が高くなることや, 溶湯の固相率が高いほど(溶湯温度が低いほど)高密度となることが分かった. しかしながら, 半熔融成形品の引張強さを測定したところ, 半熔融成形による密度の上昇は, 必ずしも強度の向上には結びつかないものであった. これは, AZ91D の半熔融成形品の強度は, 高濃度の Al を含有する低融点成分が凝固して生じた脆いマトリックスにより支配されるためと考えられる. また, 半熔融成形のもう一つの欠点は, 固相率が温度により敏感に変化するため, 所定の固相率を安定に維持するには, 極めて厳密な溶湯の温度管理が必要なことである.

本研究では, 半熔融成形の特徴である鋳巣回避の長所を保ちつつ, 上述の二つの欠点を克服する方法として, 微細な短繊維状の強化材を予め混合した溶湯を用いて金型内に射出成形する, 強化材予混合金属射出成形法を検討することとした.

### 2. 研究の目的

提案する強化材予混合金属射出成形法に関しては, 溶湯の流動性, 成形品の密度や強度特性などの基礎データの収集とメカニズムの解明が重要である. なお, Mg 合金は溶湯が燃焼しやすいので, アルミニウム合金(ADC12)も併用しながら, 溶湯に所定量の繊維状強化材(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> など)を分散混合し, 金型内に鋳造した場合の, 流動長, 凝固収縮量や密度, 引張特性を実験的に調査することを目的とする.

### 3. 研究の方法

#### 3. 1 流動長・流動停止時間測定実験装置

本研究では, 注湯作業によるばらつきが少ないことから, 真空吸引装置を用いることとした. 真空吸引装置の概略を図 1 に示す. 本装置は主として真空ポンプに接続された減圧タンク①, Y ステージ②に取り付けられた試験部③, 溶湯の入ったるつぼ④を設置した電気炉⑤, 初期にそれぞれ開閉状態にある二つの電磁弁⑥, ⑦により構成される.

実験は以下の手順で行った. まず, 溶湯の酸化を防ぐため, 電気炉内および試験部内に Ar ガスをパージする. 次いで, 電気炉⑤内のるつぼ④に所定量の ADC12 合金を投入し, 断熱材で電気炉の上部に蓋をして, 設定温度 T<sub>f</sub> まで加熱・融解する. T<sub>f</sub> は, るつぼ内に挿入した K 型シーース熱電対⑧で測定した(測定精度 ± 5 K). その後, 真空ポンプにより真空タンクを所定のゲージ圧 P<sub>t</sub> まで減圧する. P<sub>t</sub> は圧力センサ⑨により測定した(測定精度 ± 0.09%). なお, 以下本文においては, P<sub>t</sub> の絶対値を吸引圧力 P と呼ぶ. 以上の準備が整ったら, 試験部内への Ar ガスパージを停止する. 次いで, 電気炉上部の蓋を取り外し,

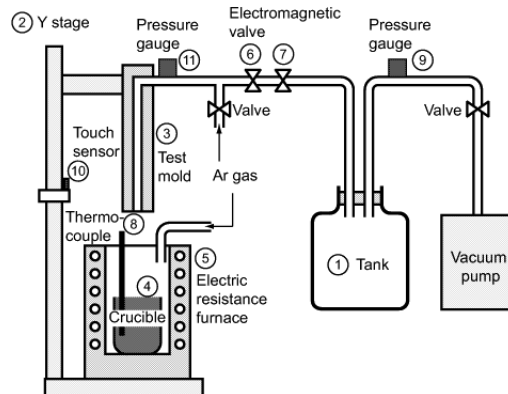


図 1 流動性試験装置の概略

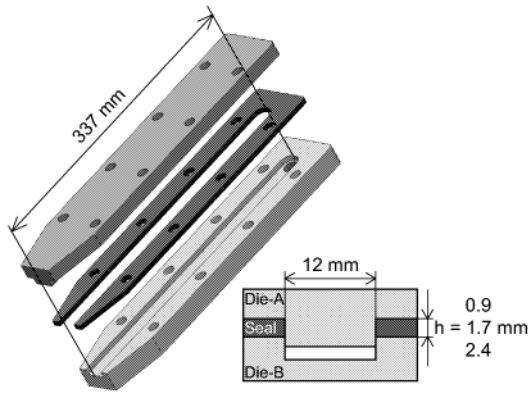


図2 吸引試験金型の詳細

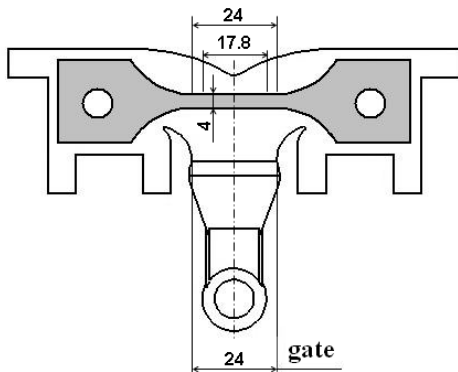


図3 Mg合金成形品形状

手で試験部を Y ステージに沿って下方へ素早く移動させる。試験部の先端 15 mm が溶湯内に浸漬されたときにタッチセンサ⑩が作動し、その瞬間に電磁弁⑦に弁開放の電気信号が送信され、溶湯の吸引を開始する。弁開放の電気信号は制御用 PC にも送信されており、所定の時間経過後、PC から弁閉鎖の電気信号が電磁弁⑥へと送信され、吸引を完了する。以下本文においては、PC が電磁弁⑦開放の信号を受け取ってから電磁弁⑥に弁閉鎖の信号を送るまでの時間を弁開放時間  $t_v$  と呼ぶ。二つの電磁弁への電気信号と試験部上流に設置した圧力センサ⑪の出力(測定精度 $\pm 0.09\%$ )は、高速データロガーにより測定・記録し、後述の流動停止時間の評価に用いた。

試験部の詳細を図2に示す。試験部はSKD61製の雄型(図2中のDie-A, 内面の粗さ  $R_a=0.27 \mu\text{m}$ )と雌型(Die-B,  $R_a=0.41 \mu\text{m}$ )、そしてこれらに挟まれる銅製シールで構成され、試験部内キャビティは、幅  $w=12 \text{mm}$ 、長さ 337 mm、厚さ  $h$  の直方体状である。 $h$  は銅製シールの厚さを変えることにより、 $h=0.9, 1.7, 2.4 \text{mm}$  とした。なお、等価直径  $D_e (=4 \times \text{流路断面積} / \text{濡れ線長さ})$  に換算すると、 $D_e=1.7, 3.0, 4.0 \text{mm}$  である。実験に先立って、試験部内面には離型剤(株)花野製 GRAPHACE321 を水で 100 倍に希釈を刷毛で塗布し、昇温・乾燥後、室温まで冷

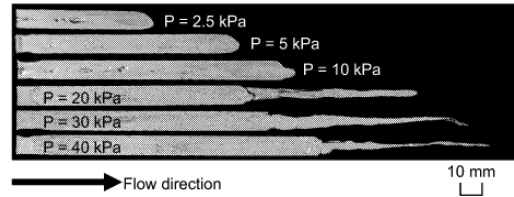


図4 流動性試験片の外観

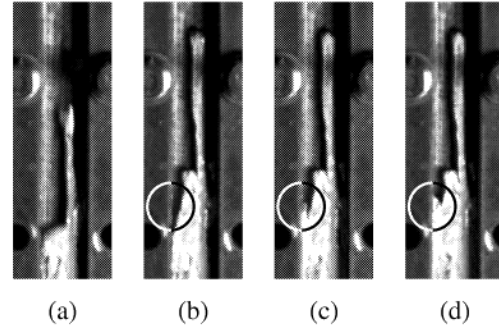


図5 可視化実験結果

却した。離型剤の塗布量を別途確認したところ、約  $58 \text{g/m}^2$  であった。

### 3. 2 熱流動シミュレーション法

溶湯の熱流動シミュレーションにより、金型の熱流動シミュレーションに逆解析した。熱流動シミュレーションには、Sola-VOF 法に基づく FDM プログラムを用いた。表面張力の影響は CFS モデルにより考慮した。凝固に伴う溶湯の流動性低下は、溶湯の粘性係数を固相率の関数とすることで表現した。

### 3. 3 Mg合金成形実験装置

供試材としては、Mg合金 AZ91D (日本サーモケミカル製、4mm チップ) にアルミナ短繊維 (電気化学工業製、デンカアルセン) を質量割合 10% で予め混合したものを用い、これをチクソモーディング法マグネシウム射出成形機(日本製鋼所製 JLM75MG)に直接投入した。そして、図3に示す肉厚 2.5mm の成形品を作製し、図中に網掛けで示す形状の引張試験片を切り出した。

## 4. 研究成果

### 4. 1 流動長・流動停止時間測定結果

図4は、種々の吸引圧力  $P$  における試験片の外観を、等価直径  $D_e=4.0 \text{mm}$ 、溶湯過熱度  $T_f - T_i=110 \text{K}$  の条件について示す。 $P \leq 5 \text{kPa}$  では、先端部は丸みを帯びた形状であるが、 $P \geq 10 \text{kPa}$  では先端部に突起を生じており、その突起は  $P$  の増加と共に長くなっている。

先端部突起の形成メカニズムを調査するため、試験部の雄型を石英ガラスで作成し、ハイスピードカメラによる可視化実験を行った。その結果、図5に示す様に、まず試験片中央部が先行し、先端部の流動が停止した後に、図中に丸く示した側面部分が充填されることが分かった。すなわち、高  $P$  条件で形

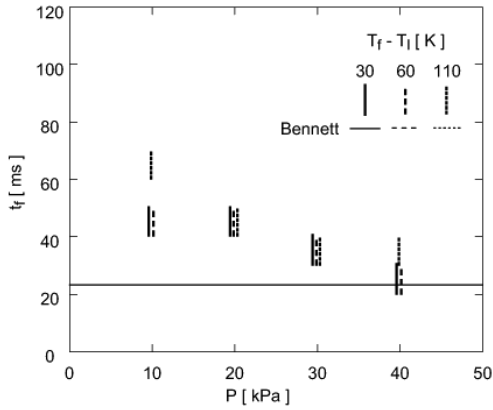


図6 流動停止時間と吸引圧力の関係

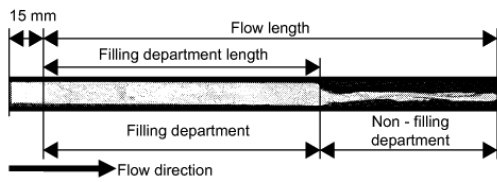


図7 流動長の定義

成される先端部の突起は、金型に接触する周辺部が凝固後に、中央部が流動を継続して形成されたものではなく、比較的初期段階に先端の突起が形成され、その形状を保ちながら流動していることが判明した。この原因としては以下のことが考えられる。本実験装置のように肉厚が薄い場合には、主として表面張力の影響により湯先の形状が支配されると

考えられ、流速が小さい低P条件では、舌状の形状が安定となるが、慣性力が大きくなる高P条件では湯先の形状も不安定となり、その場合には、突起を形成する方が安定なものと考えられる。

図6は、等価直径  $D_e = 3.0 \text{ mm}$  に関する流動停止時間  $t_f$  と吸引圧力  $P$  の関係を示す。図中にプロットした縦方向の短線が、実験より求めた流動停止時間範囲である。溶湯過熱度  $T_f - T_1$  を一定とした場合の流動停止時間  $t_f$  は、吸引圧力  $P$  の増加に伴い短くなっている。これは、 $P$  の増加に伴い溶湯の流速が速くなり、金型との熱伝達が促進されるためと考えられる。一方、 $P$  を一定とすると、 $P$  が小さい場合を除き、 $t_f$  は  $T_f - T_1$  にあまり依存しない。これは、本実験では金型の初期温度  $T_d$  を室温としたので、本実験条件の範囲では  $T_f - T_d$  の変化割合が小さいためと考えられる。なお、 $P$  が小さい条件では、 $t_f$  は  $T_f - T_1$  の増加に伴って増加しているが、この原因については、今後の検討課題である。

また図6中には参考のため、金型設計に良く用いられる Bennett の式による凝固時間の予測値も併記してある。この式は伝導伝熱しか考慮していないため、 $P$  に対しては一定の

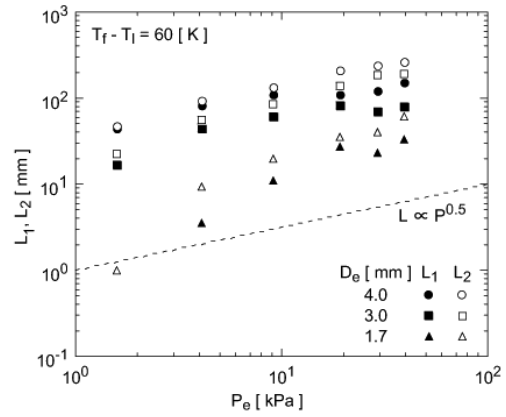


図8 流動長と  $P_e$  の関係

$t_f$  を与える。なお、対流伝熱が影響する場合には、伝導伝熱のみに比べて移動熱量が多くなるため、本実験結果は実線に比べて小さくなると予想されるが、図6では、逆の傾向となっている。この原因としては、実際には、離型剤や溶湯と金型との接触状態に起因した熱抵抗が存在することが考えられる。

図7は、試験片形状の例を示す。本研究では、試験片の全長から、るつぼ内への浸漬長さ  $15 \text{ mm}$  を減じた値をもって流動長  $L_2$  とした。また、試験片の幅が、金型の幅の  $95\%$  以上となる領域を充填部と定義し、その長さから浸漬長さ  $15 \text{ mm}$  を減じて充填部長  $L_1$  とした。各条件毎に  $2 \sim 10$  回の試行を行い、得られた  $L_1, L_2$  の標準偏差と平均値を求めたところ、標準偏差の平均値に対する割合は、 $L_1$  については最大  $14\%$  (全条件に関する平均は  $7\%$ )、 $L_2$  については最大  $12\%$  (平均  $5\%$ ) と比較的小さい値であった。従って、以下本文においては、各条件で得られた  $L_1, L_2$  の平均値について議論することにする。

図8は、 $T_f - T_1 = 60 \text{ K}$  について、 $L_1, L_2$  と有効吸引圧力  $P_e$  の関係を示す。ここに、 $P_e$  は  $P$  から表面張力による圧力差  $P_s$  を差し引いた有効吸引圧力であり、 $P_s$  は  $2\sigma (1/h + 1/W)$  で評価した。同図において、 $P_e \leq 10 \text{ kPa}$  では、 $L_1$  と  $L_2$  の差は小さく、共に  $P_e$  の約  $0.5$  乗に比例している。この  $L_1, L_2$  の  $P_e$  への依存性は、AC4CH に関する従来の結果と同様である。一方、 $P_e \geq 20 \text{ kPa}$  では、 $L_2$  はほぼ  $P_e^{0.5}$  に比例して増大するのに対し、 $L_1$  は  $P_e$  に対してあまり変化しなくなっている。

欠陥低減の目的に対しては、充填部長  $L_1$  の定量的な把握が重要となる。図5でも述べたように、非充填部の形成には表面張力が影響していることより、無次元充填部長  $L_1^*$  ( $=L_1/D_e$ ) の本実験データをウェーバー数  $We$  ( $=\rho u^2 D_e / \sigma$ ) に対してプロットしたものが図9である。同図において、いずれの  $D_e$  および  $T_f - T_1$  に関しても、 $L_1^*$  の  $We$  への依存性は  $We < 100$  では強く、 $We \geq 100$  では弱くなっている。精度が高いと考えられる  $L_1 \geq 5 \text{ mm}$  のデータに対

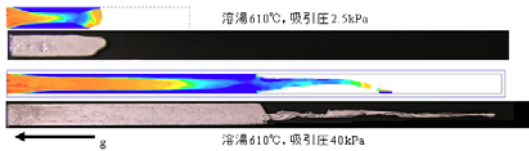


図9 実験と計算の比較



AZ91D アルミナ混合

図10 成形品スプルー部の外観

して最小二乗法を適用し、次式に示す無次元整理式を得た。ここに、 $\theta$ は無次元溶湯温度比で $\theta=(T_f-T_s)/(T_s-T_d)$ である。

$$L_1^*=6.70 \times 10^{-4} Re^{1.23} \theta^{1.04}, \text{ for } We < 100$$

$$L_1^*=2.02 \times 10^{-2} Re^{0.764} \theta^{0.425}, \text{ for } We \geq 100$$

適用範囲:  $Re=8.07 \times 10^3 \sim 4.31 \times 10^4$

$$\theta=0.173 \sim 0.337$$

$$We=8.27 \sim 342$$

標準偏差: 16.5%

#### 4.2 熱抵抗の逆解析

図9は数値解析による流動停止時の溶湯の充填状態と、実験による凝固試験片の形状を比較したものである。なお、金型表面の熱抵抗は $R=6 \mu m^2 K/W$ としてある。図9に示すように、本数値計算により、寸法・形状共に良く再現されることが分かった。また、条件により多少のばらつきはあるが、金型表面の熱抵抗 $R$ を $5 \sim 6 \mu m^2 K/W$ とした場合に、実験による試験部内に流入したADC12合金の質量と、計算による質量とが良く一致することが確認された。

以上に述べたように、溶湯の流動性を定量的に評価するための準備は整えたが、ADC12合金の溶湯にアルミナ短繊維を均一に混合することや、また、Mg合金の防燃を行いつつ吸引試験を行うことが困難であったため、流動性を吸引試験で特定することは今後の課題として先送りし、本研究の主目的である、アルミナ短繊維を混合したMg合金の成形実験へと研究を進めた。

#### 4.3 アルミナ短繊維混合AZ91D合金の成形実験と特性評価

強化材繊維を混合した原料では、成形機が正常に動作しないことが懸念されたが、アルミナ短繊維を10mass%混合したAZ91Dチップを成形機に直接投入したところ、安定して成形を行うことができ、提案する方法が実現可能なことが確認された。

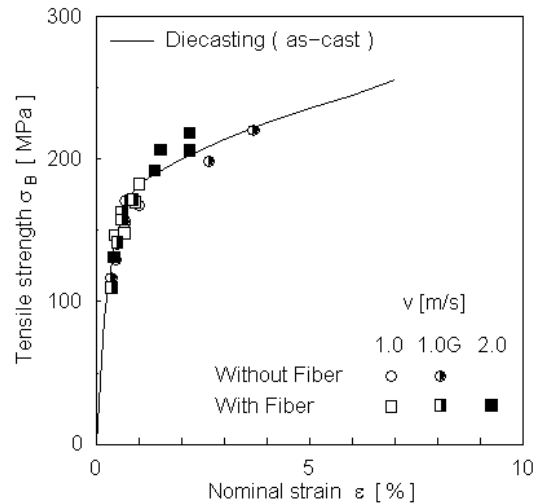


図11 破断応力と破断ひずみの関係

図10は、成形品のスプルー部の外観を示す。スプルー部はモジュラスが大きいので、通常のAZ91D合金では面引けが生じているが、アルミナ短繊維を10%混合した場合には、面引けが発生していないことが分かる。硬さ試験を行ったところ、通常のAZ91Dでは $Hv=84$ であるのに対し、アルミナ短繊維を混合した場合には $Hv=110$ と高いことが原因と考えられる。この様に、ヒケが生じにくいことは、厚肉成形品の製作に好都合であるが、その反面、硬さが高く切削加工に不向きなことも分かった。

図11は破断応力と破断ひずみの関係を、アルミナ短繊維の有無について比較したものである。パラメータの $v$ は成形機の射出速度で、1.0m/s、2.0m/sはほぼ一樣な速度で射出した場合を、1.0Gと表示してあるのはゲートに達するまでは低速で充填し、ゲートを過ぎてから1.0m/sとした場合の結果である。アルミナ短繊維の有無にかかわらず、 $\sigma_b$ と $\epsilon$ の関係は図中に実線で示すダイカストの場合にほぼ等しい。このことから、アルミナ短繊維の混合により明確な降伏点の上昇が見られなかったことが分かる。また、アルミナ短繊維の有無による $\sigma_b$ の変化は明確には観察されなかった。この様に、強度特性に明確な変化が見られなかったのは、本実験ではアルミナ短繊維濃度が10mass%であり、体積割合だと5vol%と低いためと考えられる。従って、今後は、高濃度条件についても継続的に検討を行う予定である。

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[学会発表] (計 2件)

①石田晃一、尾崎公一、福田忠生、ADC12合金の流動性に関する実験的検討、日本機械学

会中国四国支部第46期総会・講演会講演論文集, pp. 89-90, 2008.

②田中啓介, 尾崎公一, 福田忠生, 真空吸引装置による Al 合金の流動評価実験, 日本機械学会岡山講演会講演論文集, pp. 87-88, 2008.

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

尾崎 公一 (KOICHI OZAKI)

岡山県立大学・情報工学部・准教授

研究者番号: 20224206

### (2) 研究分担者

福田 忠生 (TADAO FUKUTA)

岡山県立大学・情報工学部・助教

研究者番号: 20423965

### (3) 連携研究者

なし