水平型回転水中紡糸法による Al-Zn-Si 合金細線の製造

大西 忠一* 岡村 晃彦** 中山 強***

J. Japan Inst. Metals, Vol. 54, No. 6 (1990), pp. 706-712

Production of Al-Zn-Si Alloy Wires by the Horizontal In-Rotating-Water Spinning Method

Tadakazu Ohnishi*, Akihiko Okamura** and Tsuyoshi Nakayama***

Fabrication of Al-Zn-Si alloy wires by the horizontal in-rotating-water spinning method, in which the molten metal jet was ejected into the coolant formed on the inner surface of the horizontal rotating drum, was investigated. Continuous wires with good quality were obtained only when the jet velocity and the flow rate of coolant were relatively low and close with each other. The roundness and homogeneity of wires deteriorated with increasing ejection temperature and jet diameter. Using a coolant with lower density and larger cooling ability, for example, the precooled ethyl alcohol instead of the water at room temperature, improved the roundness and homogeneity of wires.

(Received January 10, 1990)

Keywords: production of wire, in-rotating-water spinning method, aluminum-zinc-silicon alloy, molten metal jet, coolant, roundness

I. 緒 言

現在、金属細線の多くは素材を押出し後、伸線加工して作られているが、この方法では線径が小さくなるほど多くの工程を要するとともに、断線などの危険性も高まる。そこで、金属細線の安価な製造法として、熔融金属より線材を直接得る方法が種々工夫されている⁽¹⁾⁻⁽⁵⁾。熔融金属ジェットを冷媒中に噴射させて直接金属細線を得ようとする水中紡糸法もその1つで、複雑な工程を必要とせず、経済的であるとともに、難加工性材料にも応用できる、急冷効果を利用したアモルファス化や性質改善も期待できる、といった利点を持っている。一方で、熔融金属ジェットや冷媒層の安定性確保といった設計上の問題や、鋳型を用いない鋳造材のため形状や表面性状が乱れやすい、鋳造材であることによる機械的性質の不安定性が避けられない、といった欠点もあり、実用材の製造にはまだあまり応用されていない。

筆者らは先に、回転ドラム中の冷媒に熔融金属ジェットを噴射する水平型回転水中紡糸法によって、直接アルミニウム線材を作製するための装置設計上の工夫と操作条件について検討した⁽⁶⁾。本研究ではこの成果を踏まえ、一部でろう材として実用されている Al-45Zn-5Si (mass%) 合金線材の作製を試みた。この合金は通常の加工法を適用するこ

とがかなり困難な材料であるので、水中紡糸法の利点を生かし得ると考えられる。また、ろう材としての使用を前提にすれば形状、表面性状や機械的性質に対する要求はさほど厳しくないと考えられるので、安価な製造法としての応用が期待できよう。一般に、水中紡糸法による線材作製は線径が増すほど困難さも増すことが分かっており、多くの場合は数 100 μm 以下の線径について検討されている⁽²⁾⁽⁴⁾⁽⁷⁾。しかし、用途によってはある程度の線径を必要とする場合も多い。本実験で使用した装置では、前報⁽⁶⁾で明らかにしたごとく、 $\phi 2.0 \text{ mm}$ 程度の線径が連続線作製の限界であると判断されたので、本実験では比較的作製しやすかった $\phi 1.2 \text{ mm}$ の線材を中心に、得られる線材性状に対する種々因子の影響を検討することとした。

II. 実験方法

使用した装置とその操作条件は前報⁽⁶⁾と同じで、その概要は以下のものである。内径 445 mm、高さ 150 mm のステンレス製ドラムを速度制御装置を介した直流モーターで水平に回転させ、ドラム内に冷媒を入れて、遠心力で冷媒層を形成させた。冷媒としては主として室温の純水を用いたが、冷媒の冷却能や粘性等の影響を見るため、一部では冷媒の温度を制御し、また、シリコン油やエチルアルコールを用いて実験した。類似研究の多くではドラムを垂直に

* 大阪府立大学工学部金属工学科 (Department of Metallurgical Engineering, Faculty of Engineering, University of Osaka Prefecture, Sakai)

** 大阪府立大学大学院生 (Graduate Student, University of Osaka Prefecture, Sakai)

*** 三菱アルミニウム(株) (Mitsubishi Aluminum Co., Ltd., Tokyo)

回転させているが、すでに明らかにしたように⁽⁶⁾、垂直回転の場合には冷媒層の厚さと回転速度によって冷媒層の安定性が大きく変化するとともに、太い線材の作製に適した低速回転においては回転部位における流速差が大きくなり、連続線材を得るための適正な条件が得られにくい。そこで、本研究ではドラムを水平に回転させる水平型回転水中紡糸法を採用した。この場合には冷媒層厚さや回転速度に関係なく安定な冷媒層が得られる。また、冷媒層厚さは、熔融金属ジェットが入射後凝固を完了するまでの間冷媒中に在ればよいので⁽⁶⁾、本実験では 20 mm とした。

熔融金属ジェットは底部にノズル孔を持つ炉中で溶解した試料をガス加圧によって噴射させた。溶解炉はエア・シリンダーと自由に動く架台によって支持されており、ジェットの噴射位置と角度が調整できる。良好な連続線材を得るためには平滑ジェットが冷媒中に入射する必要があるが⁽⁶⁾、その安定飛行距離(L)は Butler ら⁽⁸⁾によって示された式(1)の定数 K を 50 程度に修正することにより予測できることが分かっている⁽⁶⁾。

$$L = K \cdot V_j \cdot (D^3 \rho / \sigma)^{1/2} \quad (1)$$

L : ジェットの破断長さ

K : 定数 (=50)

V_j : ジェット速度

D : ジェット径

ρ : ジェットの密度

σ : ジェットの表面張力

本実験では式(1)に基づいた距離予測と予備実験より、ノズル先端を冷媒層より 30 mm 程度の距離に保ち、平滑ジェットが冷媒中に入射するようにした。また、入射角度も小さい方がよいことが分かっている⁽⁶⁾、本実験では冷媒層面に対して約 45° ($\pi/4$ rad) で入射するようにした。ノズルはダイス鋼製 (SKD4) のものを用いており、ノズル孔の直径は 1.2 mm、ストロークは 1.0 mm としたが、比較のため一部では寸法の異なるノズルも使用している。供試材は 99.99% Al と 99.9% Zn および 99.99% Si から溶製した Al-45Zn-5Si (mass%) 合金で、予め作製した鋳塊の所定量 (約 40 g) を炉内に入れ、大気中で溶解した。加熱温度は後に示すように低いほど線材形状の乱れが少ないが、低すぎると射出直後に凝固して射出そのものが困難となるので、本実験では合金の融点 (約 800 K) より 20~30 K 高い 823 K を基準とした。噴射のためのガス加圧には圧縮空気を圧力調整器を介して用いた。

Ⅲ. 実験結果および考察

1. ジェット速度と加圧力の関係

ジェット速度 (V_j) を直接測定することは非常に困難である。そこで本実験ではまず、射出された熔融金属ジェットの質量 (M) と射出時間 (t) を測定し、ジェット直径 (D) はノズル径と等しいと仮定して、式(2)よりジェット速

Fig. 1 Relationship between the square of jet velocity and the ejection pressure.

度を算出した。

$$V_j = 4M / \pi D^2 \rho t \quad (2)$$

この V_j と射出圧力 P との関係をいくつかのノズルについて求めると Fig. 1 のような結果となり、ノズル形状にかかわらず V_j^2 と P との間には直線関係の成立することが認められた。そこで本実験では各使用ノズルについてこのような関係を求め、射出圧力からジェット速度を求めることにした。

2. ジェット速度と冷媒層速度の影響

ジェット速度 (V_j) と冷媒流速 (V_w) の、得られた線材の長さや線材形状に及ぼす影響を Fig. 2 に示した。冷媒は室温の純水、ノズル径は 1.2 mm、射出温度は 823 K である。得られた線材の長さは 0.1 m 以下 (×), 0.1~1 m (△▲), と 1 m 以上 (○●) に分類し、射出溶湯の全量が連続線 (本実験では約 10 m 程度になる) となったものは ◎ で示した。なお、●▲印は線材形状が波打ち乱れの大きいものを示している。Fig. 2 より、良好な連続線が得られやすいのは $V_j \approx V_w$ で、かつ、共に低速の場合であることが分かる。Fig. 3 には得られた線材の例を示しているが、ジェット速度の方が速い場合 ($V_j / V_w > 1$) には凝固以前に重畳して節の多い形状になりやすく、冷媒の速度の方が速い場合 ($V_j / V_w < 1$) には熔融金属ジェットが分断されて粒状または短繊維状になりやすいことが認められた。また、両速度がほぼ等しくても高速の場合には形状の乱れが大きかった。これは、速度が速くなると熔融金属ジェットが冷媒層から受ける外力が大きくなること、入射後凝固完了までの走行距離が長くなり、冷媒や熔融金属ジェット自身のわずかの乱れの影響も受けやすいことなどによると考えられる。

Fig. 2 Effects of the jet velocity and the coolant velocity on the length and the form of wires produced by the horizontal in-rotating water spinning method.

以上のように、比較的良好な連続線の得られる範囲は、低速側はジェットの実質的な射出可能範囲で規定され、高速側は熔融金属ジェットに対する外部の影響が形状の大きな乱れを引き起こさない範囲に限られるといえる。すなわち、Fig. 2 の場合には約 2~3 m/s で、かつ、 $V_j \div V_w$ であることが良好な線材を得るための必要条件になり、比較的狭い範囲に限られる。ただし、後に示すように冷媒条件を変えることによって得られる線材の性状はかなり異なるので、高速側の限界は冷媒に影響されるものと思われる。

3. 線材形状の変化

Fig. 2 に見るように、比較的狭いとはいえ連続線材の得られる条件範囲が存在する。しかし、得られた線材の形状

は射出温度やノズル径によって異なり、必ずしも真円形ではなく、均一でもないことが認められた。Fig. 4 にはジェットの射出温度に対する線材長手方向の線径(1.2 mm ノズル、ジェット速度 2.5 m/s)の変化を示した。射出温度が高いほど線径の差異が大きく、太い部分と細い部分とができやすくなることが分かる。温度が低すぎると射出は困難となるが、本実験の基準温度として用いた 823 K では、最大差異は約 0.15 mm で、線径のばらつきは 15% 以下であった。

真円度 ε (断面での最長径 W と最短径 T の比、 $\varepsilon = 100 \times T/W$) はノズル径によっても異なる。Fig. 5 にはノズル径を変えて得られた線材の真円度 ε の変化を示した(射出温度 823 K、ジェット速度 2.5~3.0 m/s)。ノズル径 1 mm 程度まではほぼ真円度 90% 以上の線材が得ら

Fig. 4 The effect of ejection temperature on the scattering of diameter along the longitudinal direction of wire.

Fig. 3 Typical views of products. The diameter of nozzle was 1.2 mm, the ejection temperature was 823 K, and the coolant was the pure water at room temperature (298 K).

- (a) in the case of $V_j/V_w > 1$.
- (b) in the case of $V_j/V_w \div 1$, and high V_j (about 5 m/s).
- (c) in the case of $V_j/V_w \div 1$, and low V_j (about 2.5 m/s).
- (d) in the case of $V_j/V_w < 1$.

Fig. 5 The change in roundness of wire with the diameter of nozzle. The ejection temperature was 823 K, the jet velocity was 2.5~3.0 m/s, and the coolant was the pure water at room temperature.

れているが、これ以上ノズル径が大きくなると急激に偏平化してくることが分かる。偏平化は楕円形状に近づくとともに、Fig. 6(a)に示したように、入射ジェットの上面にくぼみを作る傾向があり、このくぼみ近傍に鑄造欠陥の多数発生する傾向が認められた。これは線径が大きいくほど、入射の際の冷媒より受ける水圧によって熔融金属ジェットが凝固以前に変形しやすくなるためと、線材の下面より冷却を受け、上面が最終凝固部となりやすいためと考えられる (Fig. 6(b)).

4. 冷媒の影響

以上のように、線径の変化が小さく真円度の高い線材を

得るには、適当な射出温度とジェット速度を採用することの他に、線径の大きい場合には熔融金属ジェットの変形が生じる以前に、かつ、すみやかに凝固させることが必要と考えられる。この点で、本実験の中心線径である 1.2 mm 線材の場合、室温の純水を冷媒にすることにはやや不満がある。そこで、 $\phi 1.2$ mm ノズル、射出温度 823 K、ジェット速度 2.5 m/s の条件で、冷媒を変えてその影響を検討した。

冷媒が熔融金属ジェットに与える影響としては、冷却速度に与える温度や熱伝導率の影響と、熔融金属ジェットに作用する外力に関係した密度や粘性の影響とが考えられる。冷媒として純水、シリコンオイルおよびエチルアルコールを用いたときの、冷媒の主要な物性値、得られた線材の 2 次デンドライトアームスペーシングから測定した冷却速度、および得られた線材の性状をまとめて Table 1 に示した。なお、冷却速度はアルミニウム材料について推薦されている方法⁽⁹⁾にしたがい、 $d = 44.7C^{-0.32}$ (d : 2 次デンドライトアームスペーシング, C : 冷却速度)として求めた。

シリコンオイルを用いた場合には冷却速度が遅く、ジェットの凝固が不十分で、本実験条件では連続線にならなかった。Table 1 から分かるように、熱伝導率の低さが主たる原因であると考えられる。

室温のエチルアルコールを用いた場合には、純水に比べて線材が分断される傾向が強く、完全な連続線は得られなかったものの、線形状の乱れは少なかった。Fig. 7 には室温のエチルアルコールを冷媒としたときの、ノズル径に対する真円度の変化を示した。Fig. 5 と比較すれば分かるように、ノズル径が大きくなっても真円度が落ちず、良好な形状の線材が得られている。これには密度の低さが寄与しているものと考えられる。すなわち、密度が小さいため

Fig. 6 Typical form of wire with large diameter (2.0 mm) produced by the horizontal in-rotating water spinning method using the pure water at room temperature as the coolant (a). The photography (b) showed the jet injection feature into the coolant.

Table 1 Effects of the coolant in the wire form. The diameter of the nozzle was 1.2 mm, the ejection temperature 823 K, and the jet velocity 2.5 m/s.

Coolant		Pure water	Silicon oil	50 vol% water 50 vol% ethyl alcohol	Ethyl alcohol	Ethyl alcohol
Characteristics	Temperature (K)	R.T. (298 K)	R.T. (298 K)	R.T. (298 K)	R.T. (298 K)	203
	Density (kg/m ³)	998	965	919	789	866
	Viscosity (mPa·s)	1.00	30.0	2.90	1.20	12.5
	Thermal conductivity (W/K·m)	0.612	0.140	0.346	0.166	0.195
Wire	Cooling rate (K/s)	270~2500	<50	80~300	30~150	340~1500
	Length	Completely continuous	Droplet	Short (<5 m)	Short (<5 m)	Completely continuous
	Roundness ϵ (%)	>73	—	>95	>95	>95

Fig. 7 The change of the roundness of wire with the diameter of nozzle. The ejection temperature was 823 K, the jet velocity 2.5~3.0 m/s, and the coolant was the ethyl alcohol at room temperature.

に溶融金属ジェットが入射したときに受ける圧力が低くなり、形状の保持に役立っているものと考えられる。しかし一方で、Table 1 から分かるようにエチルアルコールの熱伝導率は低く、冷却速度が小さくなる。このため冷媒中での走行距離が長くなって分断されやすい傾向を生じるものと思われる。

Fig. 8 には、2 次デンドライトアームスペーシングより測定した冷却速度に及ぼす冷媒の種類と冷媒温度の影響を示した。室温の場合、純水からエチルアルコールに冷媒を変えることで 1 桁程度冷却速度の落ちることが分かる。そこで、冷却速度を上げるために 203 K に冷却したエチルアルコールを用いた。この場合、Table 1 にあるように射出溶湯の全量が連続した真円度 95% 以上の良好な線材が得られた。203 K のエチルアルコールは密度が純水に比べてなお小さく、また、熱伝導率は純水よりかなり小さいものの、実際に測定された冷却速度は純水とほぼ同じにな

Fig. 8 The cooling rates calculated from the dendrite arm spacing of the wire. The temperatures of the coolant were maintained at room temperature and 203 K.

っており (Fig. 8), 連続化するための冷却能の高さと、形状の乱れを抑制する密度の低さが両立している。

以上の結果は、真円度の高い連続線を得るにはできるだけ密度が小さく、冷却能の大きな液体を冷媒として用いることが望ましいことを示している。φ1 mm 程度以下の線材であれば、Fig. 5 から分かるように純水でも比較的良好な線材を作ることが可能であるが、それ以上の線径においては純水よりも冷却したエチルアルコールを用いる方が望ましいといえる。なお、Table 1 には冷媒の粘度も示しているが、かなり差異があるものの大きな影響は持っていないように思われる。もっとも、ここに示された程度の変化は種々液体の粘度変化からすれば比較的小きな範囲であり、より大きく変化させたときの影響についてはさらに検討する必要がある。

Fig. 9 An sample of the products.

このようにして作製された線材の例は **Fig. 9** に示した。

5. 線材の引張性質

最後に、得られた線材の引張試験結果を、押出しによって製造した線材(供試材は 773 K 以上の高温においてかろうじて押出成形が可能である)と比較して **Table 2** に示しておく。水平型回転水中紡糸法によって作製された線材は casting であり、ある程度の casting 欠陥の存在は避けられないので、押出し成形されたものに比べて機械的性質は劣り、とくに伸び値が劣っていた。 **Fig. 10** に示したように、押出材の破断はディンプル形成を主体とした延性破壊であるのに対し、水中紡糸材は粒界割れが主体で、ほとんどが casting 欠陥部で起こっていると思われる。

したがって、本実験合金の水中紡糸材は強度的には多くを期待できないと思われ、その使用に当たっては強度特性を必要としない用途を考えるか、あるいは、後加工によって casting 組織を破壊し、強度特性の改善を図る必要があるであろう。

Table 2 Typical tensile properties of products. The values of the extruded wire are also shown as the reference.

Products	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)
Spun wire ($\phi 1.2$ mm, with pure water at R.T.)	156~175	0.5~2.0
Spun wire ($\phi 1.2$ mm, with ethyl alcohol at 203 K)	151~225	0.5~1.5
Extruded wire ($\phi 1.6$ mm)	256~271	4.5~7.4

IV. 結 論

水平型回転水中紡糸法による Al-Zn-Si 合金線材の製造を試みた。得られた結果を要約すれば以下のである。

(1) 射出された熔融金属ジェット velocities の 2 乗と射出圧力との間には直線関係が認められ、圧力からジェット速度を換算できる。

(2) 水平に設置した回転ドラム中の冷媒に熔融金属ジェットを射出する水平型回転水中紡糸法において、良好な連続線を得るにはジェット速度と冷媒流速をほぼ等しく、かつ、低速にすることが必要である。

(3) ジェットの射出温度は低いほど線材形状の乱れが少ない。また、ノズル径が大きいほど乱れは大きい。これには冷媒の密度、冷却能が大きく影響していると思われる。

(4) 密度が小さく、冷却能の大きい冷媒を用いることが望ましい。 $\phi 1.2$ mm の線材作製を目標とした本実験の範囲では、純水よりも冷却したエチルアルコールを用いる方が望ましかった。

(5) 冷媒の粘度の影響は比較的小さいと思われる。

(6) 水中紡糸法により作られた本線材の機械的性質は、casting 材であるがゆえに他の方法で作製されたものに比べてかなり劣っている。

Fig. 10 Typical fracture surfaces of wires tensile-failed.

- (a) the wire produced with the pure water as the coolant.
- (b) the wire produced with the ethyl alcohol as the coolant.
- (c) the wire extruded.

文 献

- (1) J.-C. Hubert, F. Mollard and B. Lux: *Z. Metallk.*, **64**(1973), 835.
- (2) 大中逸雄, 福迫達一, 大道徹太郎: 日本金属学会誌, **45**(1981), 751.
- (3) R. E. Maringer and C. E. Mobley: *Wire J.*, **12-1**(1979), 70.
- (4) 大中逸雄, 福迫達一: 日本金属学会誌, **42**(1978), 415.
- (5) 沢木汀二, 横田憲司, 川上恒夫: 繊維機械学会論文集, **26-1/2**(1971), 16.
- (6) 大西忠一, 岡村晃彦, 中山 強: 日本金属学会誌, **54**(1990), 315.
- (7) 長野正満, 沢木汀二, 谷口庄平: 繊維学会誌, **26**(1970), 283.
- (8) I. G. Butler, W. Kurz, J. Gillot and B. Lux: *Fiber Sci. Tech.*, **5**(1972), 243.
- (9) アルミニウムのデンドライトアームスペーシングと冷却速度の測定法, 軽金属学会研究部会報告書, No. 20, 軽金属学会, (1988).