研究速報

粉末押出しにより製造したアルミニウム短繊維のキャラクターゼーション

高砂 知明^{☆1}, 多田 吉宏^{☆2}^{☆1} 徳島大学大学院工学研究科, [(現) 昭和精機工業(株), 〒661-0001 尼崎市塚口本町5丁目3-1].^{☆2} 徳島大学工学部機械工学科 [(現) 徳島大学大学院ソシオテクノサイエンス研究部], 〒770-8506 徳島市南常三島町2-1.

Characterization of Aluminum Short Fiber Produced by Powder Extension Technique

Tomoaki Takasago^{☆1} and Yoshihiro Tada^{☆2}^{☆1} Graduate School of Eng., The University of Tokushima,

[Present Address: Showa Mold & Engineering Co., Ltd., 5-3-1 Tsukaguchi Honmachi, Amagasaki 661-0001, Japan].

^{☆2} Dept. Mech. Eng., Fac. Eng., The University of Tokushima [Present Address: Inst. Technol. Sci., The University of Tokushima], 2-1 Minami-Josanjima, Tokushima 770-8506, Japan.

Received December 28, 2005

SYNOPSIS

Powder extension technique was applied to production of aluminum short fiber and effects of particle size of raw powders (aluminum and sodium chloride employed as fiber forming agent) and extrusion parameters (temperature and extrusion ratio) on fiber length, surface appearance and recovery rate were examined. Extrusion temperature which reduced the difference in flow stresses of aluminum and sodium chloride, for example 723 K, improved uniformity, surface appearance and recovery rate of aluminum fiber, and the fiber length increased with extrusion temperature. Increasing in extrusion ratio and both particle size of aluminum and sodium chloride also gave rise to longer fiber formation. Long aluminum fiber with a length of 40 to 50 mm, which was formed from welding of segregate aluminum powder particles during extrusion, was fabricated using sodium chloride with larger particle size (mean particle size 467 μm).

KEY WORDS

aluminum fiber, powder, extrusion, fiber forming agent, sodium chloride

1 緒 言

金属繊維はフィルターや電磁波シールド材¹⁾, コンクリート²⁾や樹脂用³⁾のフィラーなどとして幅広い用途を有している。金属繊維の主要な製造法は, 引抜き法, 切削法および熔融紡糸法である。引抜き法⁴⁾では, 平滑で高精度な連続繊維が得られるが生産性が低く高コストとなる。切削時のびり振動を利用して微細な断面を有する金属短繊維を安定して生産するようにしたびり振動切削法^{5,6)}や, コイル状に巻いた金属薄板の端面切削により連続繊維を製造するコイル材切削法⁷⁻⁹⁾は生産性が高く大量生産に適した製造法である。熔融紡糸法¹⁰⁻¹²⁾は, 熔融金属のジェット流を急冷凝固させて金属細線を得る方法で多量生産に適する反面, 活性な金属には適用が難しい。現在利用できる金属繊維製造法にはそれぞれ一長一短があり, 生産性, 生産量, 繊維の形状寸法あるいは材質などに応じた繊維の製造法の選択肢の拡大が望まれている。

そこで, 筆者らは, 多品種少量生産に適用可能な金属短繊維

の製造法として純金属から合金粉末まで多種類のものが比較的容易に入手できる金属粉末に着目し, これを押出しや圧延などによって細長く延伸して繊維化するプロセス¹³⁾を提案している。このプロセスでは, 粉末間の接合を防止するために繊維形成媒体を金属粉末に混合して使用する。このとき, 繊維形成媒体には, 金属粉末と一緒に変形してその延伸を妨げないことや, 延伸後には繊維の回収のために容易に除去できることなどの特性が求められる。前報¹³⁾では塩化ナトリウムを繊維形成媒体としてアルミニウム粉の繊維化を試み, 塩化ナトリウムの変形抵抗がアルミニウムのそれにほぼ等しくなる押出し温度723Kで繊維化が可能であることを示した。しかし, 繊維化可能な押出し温度域や繊維性状への押出し温度・押出し比の影響は調査されていない。また, 原材料の粉末粒径が繊維長や繊維性状に及ぼす影響についても明らかではない。

そこで, 本研究では, 粉末押出しによりアルミニウム粉を繊維化する際に, アルミニウム粉と塩化ナトリウムそれぞれ

の粒度や繊維化条件が繊維長、表面性状、繊維の回収率などに及ぼす影響を検討した。

2 実験方法

アルミニウム粉末を延伸して繊維を得る際、その粒度は繊維長に直接関係すると考えられるので、実験では純アルミニウムの噴霧粉(純度99.85%)を3種類の粒度 $d_{Al}=45\sim53\mu\text{m}$, $149\sim212\mu\text{m}$ および $300\sim425\mu\text{m}$ (数値はふるい目開き)に分級して使用した。また、繊維形成媒体の粒度はアルミニウム粒子の分散状態に影響するため、粒度の異なる3種類の塩化ナトリウムを用いた。以下では、それぞれC塩(純度99.55%, 平均粒度 $311\mu\text{m}$), S塩(純度99.83%, 平均粒度 $467\mu\text{m}$), SS塩(純度99.92%, 平均粒度 $159\mu\text{m}$)と呼ぶ。アルミニウム粉と塩化ナトリウムのSEM写真をFig.1に示す。アルミニウム粉は粒度の増加につれて球状から俵状の細長い形状に変化し、

SEM写真から求めたアスペクト比はそれぞれ(a) 1.27, (b) 1.51, (c) 1.57であった。実験は主に $d_{Al}=149\sim212\mu\text{m}$ のアルミニウム粉とC塩の組合せで行い、他は比較用に用いた。塩化ナトリウムの配合率は95 vol%を標準とした。

繊維化は前報¹³⁾と同様の手順で、アルミニウム粉-塩化ナトリウム混合粉の圧粉体をコンテナ径42 mm, 押出し比 $R=17.6$ または6.9の押出し工具を用いて、温度 $T=523\text{ K}\sim723\text{ K}$, ラム速度1 mm/sで押出すことにより行った。押出し材は50 mmの長さに切断し、水中に54 ks浸漬して脱塩することにより繊維を取り出した。回収した繊維は、乾燥を経て繊維長の計測と表面性状のSEM観察に供した。

3 実験結果および考察

3.1 繊維性状に対する押出し温度の影響

Fig.2は、Al-C塩95 vol%の圧粉体を $R=17.6$ 一定として種々

Fig.1 SEM micrographs of aluminum and sodium chloride powder used in the present experiments.

Fig.2 SEM micrographs of aluminum fiber fabricated with different extrusion temperatures ($d_{Al}=149\sim212\mu\text{m}$, salt C-95 vol%, $R=17.6$).

の押出し温度で押出して得たアルミニウム繊維のSEM写真である。押出し温度 723 K では繊維の太さは比較的揃っているが、623 K では細い繊維が増加した。523 K では細く所々に節のある不均一な繊維となった。アルミニウムと塩化ナトリウムの変形抵抗がほぼ等しい¹³⁾ 押出し温度 723 K では、両材は一緒に変形しやすい。しかし、押出し温度が下がり押出し中のアルミニウムと塩化ナトリウムの変形抵抗の差が広がるにつれて、繊維強化複合材料の場合と同じ機構¹⁴⁾ により繊維に作用する引張り応力が増加して繊維が細くなったと思われる。

押出し温度が低い場合に繊維に引張り応力が作用しやすいことは、例えば低い押出し温度で作成された試料の脱塩において長さ約 0.1 ~ 0.2 mm 以下の微細でアスペクト比が 1 に近いアルミニウムの断片が水面に浮かび上がり、その一部は流出して押出し材中に含まれていたアルミニウム分のすべての回収に困難を生じたことから推測された。断片の発生は、繊維が引張り応力を受けて破断した結果と考えられる。そこで、水中に沈んだ状態で回収できた概ね長さ 0.3 mm を越えるものを繊維とみなし、押出し材中のアルミニウム含有量に対して回収された割合を繊維回収率としてその押出し温度によ

Fig.3 Effect of extrusion temperature on recovery rate of aluminum fiber ($d_{Al} = 149 \sim 212 \mu m$, salt C-95 vol%, $R = 17.6$).

Fig.4 Effect of extrusion temperature on mean fiber length of aluminum fiber ($d_{Al} = 149 \sim 212 \mu m$, salt C-95 vol%, $R = 17.6$).

る変化を調べた。Fig.3 に示すように、押出し温度が 623 K 以上では繊維の回収率は 100 mass% であったが、それよりも低温側では回収率は急激に低下して押出し温度 523 K では 70 mass% 以下にまで減少し、押出し温度の低下が繊維の破断に強く影響することが示唆された。

Fig.3 に示した回収繊維から任意に約 240 ~ 300 本を抜き取って長さを計測し、押出し温度による平均繊維長の変化を調べた。押出し温度の上昇と共に繊維長の度数分布は長い側に移動し、平均繊維長と押出し温度の間には Fig.4 に示すようにほぼ比例的な関係が認められた。実験の範囲では、アルミニウムと塩化ナトリウムの変形抵抗がほぼ一致する押出し温度 723 K がもっとも繊維が破断しにくい温度条件であった。そこで、以下では押出し温度は 723 K 一定とした。

3.2 繊維長に対する押出し比とアルミニウム粉末粒径の影響

Al-C 塩 95 vol% を押出し比 $R = 6.9$ 、温度 723 K で押出して得られた繊維の SEM 写真を Fig.5 に示す。押出し比が $R = 6.9$ と小さい場合にはアルミニウム粒子の延伸の度合いも小さいため、 $R = 17.6$ で作成した Fig.2 (a) の繊維に比較して太く短い繊維となった。

アルミニウム粉の粒径に対する平均繊維長の変化を調べた結果を Fig.6 に示す。アルミニウム粉の粒径 d_{Al} はふるいの目

Fig.5 SEM micrograph of aluminum fiber ($d_{Al} = 149 \sim 212 \mu m$, salt C-95 vol%, $T = 723 K$, $R = 6.9$).

Fig.6 Effect of particle size of aluminum powder and extrusion ratio on mean fiber length (salt C-95 vol%, $T = 723 K$).

開きの中点で代表させ、水平なバーで目開きの範囲を示した。平均繊維長はアルミニウム粉の粒径とともに比例的に増加した。また、押出し比が大きいほどアルミニウム粒子の延伸の度合いは増大した。押出し中にアルミニウム粒子と塩化ナトリウムとが一緒に変形して、繊維に破断がないとすれば、得られる繊維の長さはアルミニウム粒子の粒径と押出し比の積で推定できると考えられる。図中の2本の直線は平均繊維長 $\ell = R d_{Al}$ とした推定値で、実測の平均繊維長はこれらより短いものとなった。実験値と $\ell = R d_{Al}$ の直線とのずれは、アルミニウム粉の粒径の増大につれて次第に拡大した。アルミニウム粉の形状は Fig.1 のように粒径の増大とともに球状から俵状に変化し、粉末粒子の平均径とふるい目開きとの差が増すことがこのずれの拡大の一因である。試みとしてアルミニウム粉を前述のアスペクト比を軸比とする回転楕円体と仮定してその平均径を求めると、 $d_{Al} = 45 \sim 53 \mu\text{m}$ の場合では約 $41 \sim 49 \mu\text{m}$ 、 $d_{Al} = 149 \sim 212 \mu\text{m}$ の場合では $127 \sim 181 \mu\text{m}$ 、 $d_{Al} = 300 \sim 425 \mu\text{m}$ の場合では $252 \sim 357 \mu\text{m}$ となり、これらはふるい目開きよりも約 $8 \sim 16\%$ 小さい。アルミニウム粉の粒径として平均径を用いれば、実測の平均繊維長はアルミニウム粒子の粒径と押出し比の積にほぼ合致する。

3.3 繊維長と表面粗さに対する塩化ナトリウムの粒径の影響

粒度の異なる塩化ナトリウムを用いた Al-塩化ナトリウム 95 vol% の試料で、塩化ナトリウムの粒径が繊維長に及ぼす影響を調査した。アルミニウム粉の粒径は $d_{Al} = 149 \sim 212 \mu\text{m}$ 、押出し条件は押出し比 $R = 17.6$ 、温度 723 K で一定とした。Fig.7 は C 塩 (平均粒径 $311 \mu\text{m}$) と SS 塩 (平均粒径 $159 \mu\text{m}$) を用いた場合の繊維長の分布である。アルミニウム粉が同じであっても、C 塩を用いたときの繊維長の分布は SS 塩の場合よりも長い側に移動し、分布幅も広がった。平均繊維長 ℓ は

Fig.7 Effect of particle size of salt on distribution of length of aluminum fibers: salt C (upper) and salt SS (lower) ($d_{Al} = 149 \sim 212 \mu\text{m}$, salt 95 vol%, $R = 17.6$, $T = 723 \text{ K}$).

C 塩で $\ell = 2.6 \text{ mm}$ 、SS 塩で $\ell = 1.9 \text{ mm}$ であった。平均粒径が最も大きい S 塩 (平均粒径 $467 \mu\text{m}$) の場合には、Fig.8 に示すようにほとんどが 10 mm 以上の長い繊維となり、その中でもほぼ試料長さに匹敵する $40 \sim 50 \text{ mm}$ の繊維が過半を占めた。これらの 10 mm を越える長い繊維は個々のアルミニウム粒子の繊維化だけでは説明できない長さで、複数の繊維が押出しの際に接合して長くなったことが推測される。

粒径が特に大きい S 塩を用いたときに長い繊維が得られることから、アルミニウム粒子の偏析の可能性を検討した。Fig.9 (a), (b) は S 塩と C 塩をそれぞれ用いたときの圧粉体の断面写真である。S 塩の場合には、数個のアルミニウム粒子が塊状に集まっていることが判る。C 塩の場合にはアルミニウム粒子は比較的均一に分散している。(c) 図はこのようなアル

Fig.8 Distribution of length of aluminum fiber fabricated with salt S ($d_{Al} = 149 \sim 212 \mu\text{m}$, salt S-95 vol%, $R = 17.6$, $T = 723 \text{ K}$).

(a) Al-salt S 95vol%

(b) Al-salt C 95vol%

(c) Model of location of particles

Fig.9 Optical micrographs and schematic representation of location of particles in green compacts ($d_{Al} = 149 \sim 212 \mu\text{m}$, salt 95 vol%).

Fig.10 SEM micrographs of aluminum fiber fabricated with different salt ($d_{Al}=149 \sim 212 \mu m$, salt 95 vol%, $R=17.6$, $T=723 K$).

ミニウム粒子の分布のモデル図である。小さなアルミニウム粒子を大きな塩化ナトリウム粒子と混合したとき、アルミニウム粒子は初めは塩化ナトリウム粒子の面で挟まれる。このとき、塩化ナトリウムの面は比較的平坦であるため、アルミニウム粒子の保持は不安定である。そこで、もし2つの塩化ナトリウム粒子の面が平行でなければアルミニウム粒子は面間隔が広がる側にずれて、塩化ナトリウム粒子同士が形成する大きなポケットに集まり偏析しやすい。この傾向は粒径の差が大きければ大きいほど著しいので、凝集するアルミニウム粒子の数も多くなる。これらのアルミニウム粒子が隣接したまま押し出され、延伸する過程で繊維が相互に凝着して長い繊維が形成されたものと考えられる。

Fig.10は、塩化ナトリウムの粒径を変化させたときの繊維のSEM写真である。塩化ナトリウムの粒径が小さくなるにつれ、繊維の表面は平滑なものから次第に凹凸の多いものへと変化した。この凹凸は、塩化ナトリウム粒子がアルミニウム表面に押しつけられてできた圧痕であると思われる。粗粒の塩化ナトリウムを用いればアルミニウム粒子表面に大きな平坦な面が当たる確率が高まって繊維の表面粗さは良くなり、逆に微粒の塩化ナトリウムを用いると多数の小さな面や角が当たりやすく繊維の表面粗さは粗くなる。

4 ま と め

塩化ナトリウムを繊維形成媒体として粉末押出しによるアルミニウム粉末の繊維化を行い、それぞれの粉末の粒度と繊維化条件が繊維長や表面性状などに及ぼす影響を検討した結果、以下のことが分かった。

- (1) アルミニウムと塩化ナトリウムの変形抵抗がほぼ等しい押し出し温度723 Kでは繊維の均一性と表面の平滑性が向上し、長い繊維の割合が増して平均繊維長が増加した。また、回収率は623 K以上で100%となった。
- (2) 押し出し比が大きいほど長い繊維の割合が増して平均繊維長は長くなった。
- (3) アルミニウム粉末の粒径が大きいほど長い繊維の割合が増して平均繊維長は長くなった。

- (4) 塩化ナトリウムの粒径が大きいほど繊維の表面は平滑化し、長い繊維の割合が増して平均繊維長は長くなった。また粒径の大きいS塩を用いたときには、複数のアルミニウム繊維が接合してできた長さ40 mm以上の繊維が得られた。
- (5) これらのことから、原料粉末と繊維形成媒体の粒度や押し出し条件(温度、押し出し比)により繊維長の分布や表面性状などを調整できることがわかった。

文 献

- 1) A.L.Holbrook: "Aluminum flake filled conductive plastics for EMI shielding and thermal conductivity", Int. J. Powder Metall., 22(1986)39-45.
- 2) P.S.Song and S.Hwang: "Mechanical properties of high-strength steel fiber-reinforced concrete", Constr. Build. Mater., 18(2004)669-673.
- 3) P.V.Vasconcelos, F.J.Lino, et.al.: "Impact fracture study of epoxy-based composites with aluminum particles and milled fibres", J. Mater. Process. Technol., 170(2005)277-283.
- 4) T.Watanabe: "Drawing of ultrafine stainless wire", J. Jpn. Soc. Technol. Plasticity, 19(1978)692-697.
- 5) T.Nakagawa, K.Suzuki, T.Uematsu and H.Koyama: "Production of fine short-length metal fibers using self-excited vibration of an elastic tool", J. Jpn. Soc. Prec. Eng., 47(1981)1399-1405.
- 6) K.Suzuki, T.Uematsu and T.Nakagawa: "Influence of manufacturing conditions on the fiber formation region in chatter machining", J. Jpn. Soc. Prec. Eng., 53(1987)921 - 927.
- 7) A.Yanagisawa and M.Kaneko: "Production of wool-like metal fibers using coiled sheet materials", Met. Technol., 12(1989)60-66.
- 8) M.Kaneko, A.Yanagisawa and T.Nakagawa: "On fiber sticking phenomenon in coiled sheet shaving for metal fiber production", J. Jpn. Soc. Prec. Eng., 61(1995)692 -696.

- 9) M.Kaneko, A.Yanagisawa and T.Nakagawa: "Production of stainless steel fiber by sheet shaving of hot water soluble resin coated coil", J. Jpn. Soc. Prec. Eng., **62**(1996)110-114.
- 10) I.G.Butler, W.Kurz, J.Gillot and B.Lux: "Production of metal fibres and wires directly from the melt", Fibre. Sci. Technol., **5**(1972)243-262.
- 11) R.E.Maringer and C.E.Mobley: "Casting of metallic filament and fiber", J. Vac. Sci. Technol., **11**(1974)1067-1071.
- 12) R.E.Maringer and C.E.Mobley: "Direct casting of wire, filament and fiber", Wire J., **12**(1979)70-74.
- 13) Y.Tada and T.Takasago: "Fabrication of metallic short fiber by powder extrusion", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallur., **53**(2006)358-362.
- 14) R.J.Gray: "Analysis of the effect of embedded fibre length on fibre debonding and pull-out from an elastic matrix", J. Mater. Sci., **19**(1984)861-870.