

# 塑性加工を活用した圧粉焼結による 傾斜機能ポーラス金属の創製

群馬大学 大学院理工学府 知能機械創製部門  
准教授 半谷 禎彦  
(平成 24 年度一般研究開発助成 AF- 2012011)

キーワード：ポーラスアルミニウム，傾斜機能材料，粉末冶金法

## 1. 緒言

ポーラスアルミニウムは、多気孔構造を有する超軽量の素材であり、その構造から優れた衝撃吸収特性を有する<sup>1-3)</sup>。そのため自動車用部材として用いることで安全性の向上及び軽量化に伴う燃費向上が期待されている<sup>4, 5)</sup>。ポーラスアルミニウムの機械的特性は気孔形態によって異なることが知られている。本研究では、ポーラスアルミニウム内で気孔率を変化させた傾斜機能ポーラスアルミニウムの作製を試みる。

ポーラス金属を作製する方法には様々な手法が提案されている<sup>6, 7)</sup>。オープンセル型ポーラス金属の作製方法の一つに焼結スパーサー法 (sintering and dissolution process) がある<sup>8-10)</sup>。焼結スパーサー法は、まずアルミニウム粉末とスパーサーとなる塩化ナトリウム (NaCl) 粉末を混合・焼結する。焼結体を水洗し、NaCl を溶解除去することで、気孔を生成しポーラスアルミニウムを作製するものである。混合した NaCl の形状が、ほぼそのまま気孔形状となる。また、混合するアルミニウム粉末と NaCl 粉末の体積の割合が、ほぼそのまま作製するポーラスアルミニウムの気孔率 (試料全体に対する気孔の体積率) となる。そのため、焼結スパーサー法は気孔形態を容易に制御できる。更に、NaCl は安価で人体に無害であることや、水への溶解度が高く常温の水で容易に溶解除去できることな

どから、簡便で生産コストを低く抑えられることが期待される。しかしながら、混合粉末の焼結には、従来、雰囲気全体を加熱する加熱炉が用いられ焼結に長い時間を要するため、更なる生産性・省エネルギー性の向上が望まれている。

著者らは、摩擦攪拌接合<sup>11, 12)</sup>や摩擦圧接<sup>13)</sup>等の摩擦発熱現象を粉末の焼結に利用し、雰囲気全体の加熱が不要な摩擦粉末焼結 (friction powder sintering) 法を試みている<sup>14-17)</sup>。本手法は、あらかじめ金属板にあけておいた穴に混合した金属粉末と NaCl 粉末を投入し、その上から回転したツールを押込み、その際に生じる摩擦熱および押込荷重により混合粉末を焼結する。その後、NaCl を水中で除去してポーラス金属を得るものである。本手法は焼結に必要な個所に限定して摩擦熱を発生させるため、省エネルギーな手法である。また、通常加熱炉を用いるものなどと比較して、短時間のプロセスで焼結できるため、生産性および省エネルギー性に優れた手法であることが期待される。

本研究では、摩擦粉末焼結法により傾斜機能ポーラスアルミニウムの作製を試みる。気孔率が 60% と 80% となるように、アルミニウム粉末と NaCl 粉末の割合を調整し、それぞれの混合粉末を順番に投入することで、傾斜機能ポーラスアルミニウムが作製できることが期待される。作製し

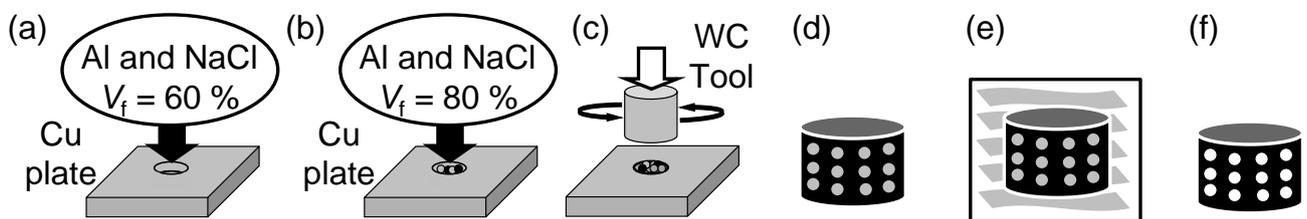


Fig. 1. Schematic of FPS process for fabricating porous aluminum. (a) A mixture of Al and NaCl powders with a NaCl volume fraction of  $V_f = 60\%$  is placed in the hole. (b) A mixture of Al and NaCl powders with a NaCl volume fraction of  $V_f = 80\%$  is placed in the hole. The mixture is (c) sintered, (d) machined and then (e) leached. (f) Obtained porous aluminum.

た傾斜機能ポーラスアルミニウムはX線CTにより気孔形態を観察し、傾斜機能化の確認を行う。その上で、作製した傾斜機能ポーラスアルミニウムの気孔率と圧縮特性との関係について調査する。

## 2. 実験方法

### 2.1 試料作製方法

摩擦粉末焼結法の概略図を Fig. 1 に示す。まず、アルミニウム粉末（株式会社高純度化学研究所、純度 99.9%、粒径 20  $\mu\text{m}$  以下）と NaCl 粉末（株式会社高純度化学研究所、純度 99.9%、粒径 425-500  $\mu\text{m}$  に整粒）を気孔率が 60% と 80% となるように混合した。NaCl 粉末は混合前に 433 K に保たれた電気炉内で 30 min 保持し、水分の除去を行った。この混合粉末を Fig. 1(a), (b) に示すように無酸素銅板にあらかじめあけておいた穴 ( $\phi = 13 \text{ mm}$ ) に順番に投入した。この際、無酸素銅板の下に厚さ 3 mm の SS400 バックプレートを敷いた。無酸素銅は熱伝導性に優れるため、ツールの押し込みによりツールと銅板や混合粉末との接触により発生した摩擦熱を混合粉末の底部まで迅速に伝えることができる。また、同じく比較的熱伝導性に優れるアルミニウムを使用する場合と比べると、銅の方が融点が高いため、回転ツール走査時に板の軟化が起こりにくく、より大きな摩擦熱と高い押し込み荷重を発生させることができ、焼結性を向上できる<sup>15)</sup>。次に、Fig. 1(c) に示すように上から先端が平坦な超硬ツール ( $\phi = 16 \text{ mm}$  の中実棒) を回転させながら押し込み、混合粉末を焼結した。この際、ツール

の中心軸と無酸素銅にあけた穴の中心が一致するようにした。ツールの回転数は 1000 rpm、押し込み速度は 1 mm/min、押し込み量はツール先端が無酸素銅板や粉末に接触した位置（高さ）から 3 mm とした。ツールを 3 mm 押し込んだ後、10 s そのままの位置で保持し、その後ツールを上昇させた。この焼結したものを機械加工により円柱形状圧縮試験片を切り出した (Fig. 1(d))。その後、Fig. 1(e) に示すように圧縮試験片を水中に静かに浸漬することで、NaCl を除去し、ポーラスアルミニウムを得た (Fig. 1(f))。

### 2.2 気孔形態観察方法

得られた圧縮試験片の気孔形態は X 線 CT を用いて観察した。株式会社島津製作所のマイクロフォーカス X 線 CT, SMX-225CT を用いて行った。X 線源はタングステンであり、圧縮試験片全体をコーンビーム CT 撮像した。撮像条件は、X 線管電圧 80 kV, X 線管電流 30  $\mu\text{A}$ , 画像サイズ 512  $\times$  512 pixel とした。

取得した全ての断層画像に対して 2 値化処理を行い、アルミニウムと気孔を分離し気孔率を算出した。この画像処理には、WinROOF（三谷商事株式会社）を用いた。

### 2.3 圧縮試験方法

得られたポーラスアルミニウムの圧縮特性は JIS-H-7902 ポーラス金属の圧縮試験方法<sup>18)</sup> を参考にした静的圧縮試験により取得した。圧縮試験は、株式会社島津製作所の精密万能試験機オートグラフ AG-100kNG を用いて、圧縮速度（クロスヘッド速度）1 mm/min で行った。同時にビデオ撮影することで、変形挙動の外観観察も行った。圧縮ひずみは、クロスヘッド変位を初期の圧縮試験片高さで除することで求めた。

## 3. 実験結果

Fig. 2 に作製した傾斜機能ポーラスアルミニウムを示す。条件 I は、上部が気孔率 80%、下部が気孔率 60% 層である。条件 II は、上部が気孔率 60%、下部が気孔率 80% 層である。作製した傾斜機能ポーラスアルミニウムは水洗時崩れを生じることなく、焼結が十分行われていると考えられる。

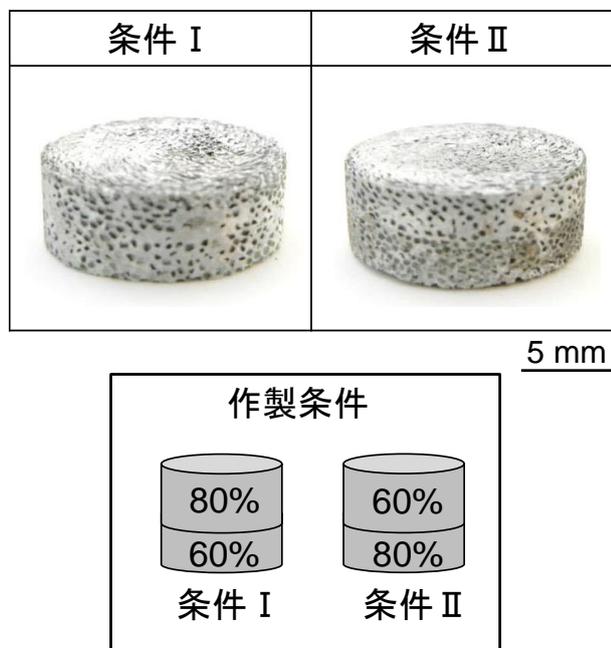


Fig. 2. Functionally graded porous aluminum compression test specimen with porosity of 60% and 80%.

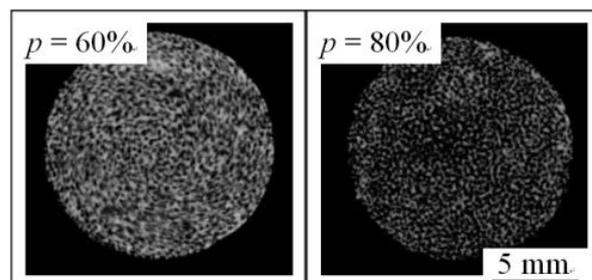


Fig. 3. Cross-sectional X-ray CT images of functionally graded porous aluminum. White part indicates aluminum and black part indicates pores

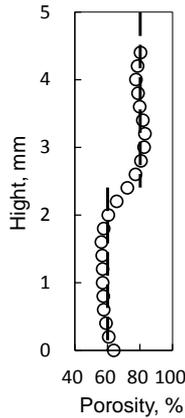


Fig. 4. Distribution of porosity evaluated from X-ray CT images for height direction of porous aluminum.

Fig. 3 に気孔率 60%と 80%の層における高さ方向中部付近断面の X 線 CT 画像を示す。白い部分がアルミニウム母材であり、内部の黒い部分が気孔である。X 線 CT 画像から、NaCl が水洗により除去されたことが確認できる。また、Fig. 3 の両者を比較してわかるように、ポーラスアルミニウム内で気孔率が変化している。更に、気孔率に関わらず NaCl の形状が反映された気孔形状が観察され、それぞれの層の断面全体ではほぼ均一な気孔分布となっていることが分かる。これらのことから、摩擦粉末焼結法により傾斜機能ポーラスアルミニウムの作製が可能であることがわかった。なお、圧縮試験片の上部では回転ツールの影響で、若干、気孔が回転し引き伸ばされたような形状が確認された。しかしながら、この形状が観察されるのはごく表面近傍のみであり、他の断面では NaCl の形状が反映された気孔形状が観察された。この傾向は条件 I, 条件 II に関わらず観察された。

Fig. 4 に圧縮試験片高さ位置と X 線 CT 断層画像から算出した気孔率の関係を示す。若干ばらつきが見られるものの、高さ方向の真ん中辺りで、急激に気孔率が変化する個所が観察される。それと同時に、他の部分では、高さ方向にはほぼ一定の気孔率を有していることがわかる。以上から、摩擦粉末焼結法を用いて作製したポーラスアルミニウムでは、意図した気孔率の試験片を作製できることが分かる。

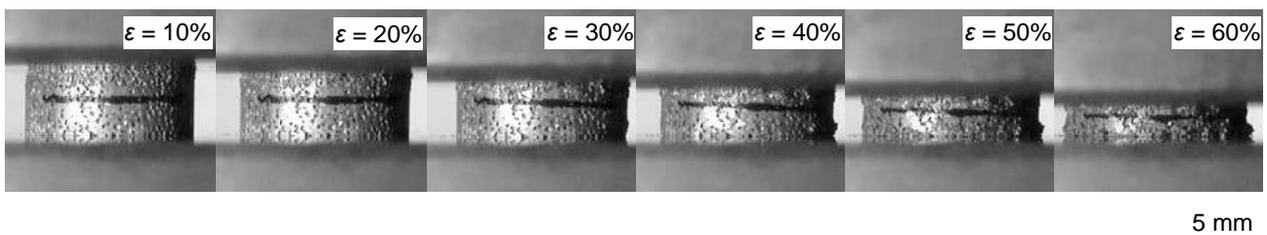


Fig. 5. Deformation behavior of functionally graded porous aluminum during static compression test.

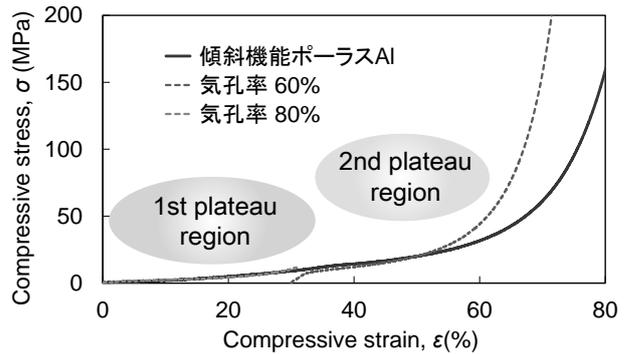


Fig. 6. Stress-strain curves of functionally graded porous aluminum during static compression test.

Fig. 5 に作製した傾斜機能ポーラスアルミニウムの圧縮変形挙動を示す。上部を気孔率 80%として圧縮試験を実施している。上部の気孔率が高く低強度部と考えられる気孔率 80%層から変形が開始している。また、気孔率 80%層が変形している際に、気孔率 60%層はほとんど変形していないことが分かる。気孔率 80%層が緻密化すると、次に下部の気孔率が低く高強度部と考えられる気孔率 60%層の変形が開始する様子が観察される。

Fig. 6 に作製した傾斜機能ポーラスアルミニウムの圧縮応力-ひずみ線図を示す。2段階のプラトー領域が発現していることが分かる。Fig. 5 の変形挙動と比較すると、第一プラトー領域は気孔率 80%層が変形することにより発現し、第二プラトー領域は気孔率 60%層が変形することにより発現していることが分かる。そこで、傾斜機能ポーラスアルミニウム中に占める各領域の割合および変形開始点を決めることで単体ポーラスアルミニウムの応力-ひずみ線図を補正すると、傾斜機能ポーラスアルミニウムの各領域とほぼ重なることがわかる。

#### 4. 結言

以上のことから、気孔率を変化させた傾斜機能ポーラスアルミニウムにより、破壊の制御の可能性が示唆された。また、各領域が変形する時にその変形層の気孔率のみで作

製された単体ポーラスアルミニウムの圧縮特性が発現していると考えられる。

### 謝 辞

本研究は、公益財団法人天田財団の平成 24 年度一般研究開発助成 (AF-2012011) のもと行われました。ここに厚く感謝いたします。

### 参考文献

- 1) L. J. Gibson: *Annu. Rev. Mater. Sci.* 30 (2000) 191.
- 2) 小橋眞: *軽金属* 55 (2005) 327.
- 3) 金武直幸, 小橋眞: *軽金属* 62 (2012) 122.
- 4) J. Banhart: *Int. J. Veh. Des.* 37 (2005) 114.
- 5) 三好鉄二, 濱田猛, 金橋秀豪: *R&D 神戸製鋼技報* 57 (2007) 95.
- 6) J. Banhart: *Prog. Mater. Sci.* 46 (2001) 559.
- 7) 中嶋英雄監修: *マクロおよびナノポーラス金属の開発最前線*, (2011), シーエムシー出版.
- 8) Y. Y. Zhao, D. X. Sun: *Scr. Mater.* 44 (2001) 105.
- 9) M. Hakamada, Y. Yamada, T. Nomura, Y. Q. Chen, H. Kusuda, M. Mabuchi: *Mater. Trans.* 46 (2005) 2624.
- 10) 袴田昌高, 馬渕守: *軽金属* 62 (2012) 313.
- 11) 溶接学会編: *摩擦攪拌接合-FSW のすべて*-, (2006), 産報出版.
- 12) 藤井英俊: *金属* 83 (2013) 5.
- 13) 摩擦圧接協会編: *摩擦接合技術*, (2006), 日刊工業新聞社.
- 14) Y. Hangai, H. Yoshida, N. Yoshikawa: *Metall. Mater. Trans. A* 43 (2012) 802.
- 15) Y. Hangai, H. Yoshida, O. Kuwazuru, N. Yoshikawa: *Mater. Trans.* 54 (2013) 1057.
- 16) Y. Hangai, K. Zushida, H. Fujii, R. Ueji, O. Kuwazuru, N. Yoshikawa: *Mater. Sci. Eng. A* 585 (2013) 468.
- 17) 半谷禎彦, 圖子田幸佑, 桑水流理, 吉川暢宏: *日本機械学会論文集* 81 (2015) 14.
- 18) 日本工業規格: *JIS-H-7902 ポーラス金属の圧縮試験方法*, (2008), 日本工業標準調査会.