

## NaCl をスペーサーに用いた傾斜機能多孔質アルミニウムの開発

半谷 禎彦, 鈴木 良祐

群馬大学大学院理工学府

**概要** 複数の異なるポーラスアルミニウムから構成される傾斜機能ポーラスアルミニウムは、通常のポーラスアルミニウムよりも、高機能化できることが期待される。本研究では、異種合金の3層からなる傾斜機能ポーラスアルミニウムの作製を検討した。それらは、放電プラズマ焼結法を使った *sintering and dissolution process* により作製した。X線CTによる作製した試料の非破壊観察より、NaCl は完全に溶解し、試料中に残存しないことを確認した。加えて、作製した試料のそれぞれの層は、ほぼ一定の気孔率を有するとともに、それぞれの層はシームレスに接合していることが分かった。様々な合金から作製した単一のポーラスアルミニウムの圧縮試験より、合金種を変化させることで、それぞれの緻密合金の機械特性と同様の傾向を示し、圧縮特性を変化させられることが期待されたが、各層のプラトー応力が近い値にあったため、マクロ観察からは変形挙動や圧縮特性の大きな違いは見られなかった。そこで、今後は各層の気孔率を検討することで3層の傾斜機能ポーラス Al の作製は可能であると考えられる。そのことにより、弱いアルミニウムからなるポーラスアルミニウム層から変形が開始し、次に強いアルミニウム合金からなるポーラスアルミニウム層が変形することが期待される。また、それぞれの層の変形に対応する圧縮応力が得られることが期待され、傾斜機能ポーラスアルミニウムは、複合的な特性を一つのポーラスアルミニウムで実現できるものと考えられる。合金種を変化させたポーラスアルミニウムの特長は、気孔形態を変化させることなく、ポーラスアルミニウムのそれぞれの層で最適な圧縮特性を実現できるところにある。

### 1. はじめに

ポーラスアルミニウムは、アルミニウム内部に多くの気孔を含む素材である。そのため、緻密材における軽量化の限界を超える、大幅な軽量化が可能となる。加えてポーラス化を行うことで、衝撃吸収能や吸音性、断熱性といった優れた機能を持たせることができる。このような機能を生かし、自動車のバンパー等にポーラスアルミニウムを適用することで、衝突時の衝撃緩和などの効果が期待される<sup>(1, 2)</sup>。例えば、自動車の衝撃吸収部材では、対歩行者対策と対物・対自動車対策の両立をはかるため、低強度部と高強度部を両立させたポーラスアルミニウムが待望されている。1つのポーラスアルミニウム中で気孔形態が異なるポーラスアルミニウムの作製は、鑄造スペーサー法<sup>(3)</sup>、レプリカ法<sup>(4)</sup>、粉末焼結スペーサー法<sup>(5)</sup>、溶湯発泡法<sup>(6)</sup>、プリカーサ法<sup>(7, 8)</sup>などで試みられているが、低強度部と高強度部を明確に有するポーラスアルミニウムの検討はほとんどな

れていない。ポーラスアルミニウムにおける特性は主に、気孔形態(気孔率やサイズ、形状、分布など)や出発材の特性により大きく変化する。このことから、気孔形態の制御が重要となる。著者らはプリカーサ法により、気孔率<sup>(9, 10)</sup>や合金組成<sup>(11, 12)</sup>を変化させることで、低強度部と高強度部を有するポーラスアルミニウムの作製を試みている。しかしながら、プリカーサ法では気孔を形成させるために発泡過程を経るため、気孔形態(気孔率や気孔径)がばらつくといった課題がある。

一方、スペーサー法では、アルミニウム粉末とスペーサー粉末(アルミニウムの場合、塩化ナトリウム(NaCl)が良く用いられている)の混合粉末を出発材として用いる。アルミニウム粉末とNaCl粉末を混合・焼結し、その後、NaClを水洗除去する *Sintering and Dissolution Process*<sup>(13-15)</sup>は、NaClの割合により気孔率を、また粉末の粒径をそろえることで気孔径を精度良く制御できる手法である。アルミニウ

ム粉末の焼結は、従来、電気炉や放電プラズマ焼結により行われている。著者らは、摩擦攪拌接合(FSW)<sup>(16)</sup>のように、回転ツールと板材との摩擦熱、および回転ツールの押込圧力により金属粉末の焼結を行う”摩擦粉末焼結法”<sup>(17-19)</sup>を試みている。本手法は、通常の焼結プロセスと比較して、雰囲気全体の加熱が不要、かつ数分程度で焼結できるため、生産性および省エネルギー性に優れることが期待される。著者らは、今までに摩擦粉末焼結法により気孔率の異なる傾斜機能ポーラスアルミニウムを作製している<sup>(20, 21)</sup>。その中の一つは、アルミニウム粉末と NaCl 粉末の体積割合が 60%と 80%の 2 種類の混合粉末を層状に重ね、摩擦粉末焼結法により焼結し、その後 NaCl を水洗除去する。これにより、低密度層(高強度層)と、高密度層(低強度層)の 2 層構造を有するポーラスアルミニウムの作製するものである<sup>(20)</sup>。それにより、Fig. 1 に示すように、上層と下層で気孔率の差が明瞭に観察できる傾斜機能ポーラスアルミニウムを作製できることが分かっている。

それに対し、放電プラズマ焼結(Spark Plasma Sintering, SPS)を用いた方法<sup>(14, 22)</sup>も、強固な粉末同士の焼結が実現できるとともに、摩擦粉末焼結方よりも高さ方向に高い試験片を作製できる。著者らは、SPS により作製したアルミニウムと NaCl が混合した焼結体に対して、部分的に NaCl を溶解することで、高強度層と低強度層を有するポーラスアルミニウムの作製することも見出している<sup>(23)</sup>。Fig. 2 は、NaCl の溶解過程を X 線 CT により NaCl を可視化したものであるが、試験片の周囲の水が容易に到達できることから NaCl は溶解し、内部中心が最後に溶解することが分かる。Fig. 3 のように、途中で NaCl の溶解過程を止めたものに対して圧縮試験を行った場合、NaCl が除去されてポーラスアルミニウムのみ部分が、まず圧縮変形し、その時 NaCl が存在する層は変形していない。

本研究では、異種合金の3層からなる傾斜機能ポーラスアルミニウムの作製を検討したので、報告する。

## 2. SPS による異種合金からなる傾斜機能ポーラスアルミニウム

### 2.1 はじめに

本研究では、気孔形態の制御が容易な作製方法である SPS プロセスを用いて Pure Al と鋳造用 Al 合金である AC4CH(Al-Si-Mg 系合金)、および自動車用に良く利用

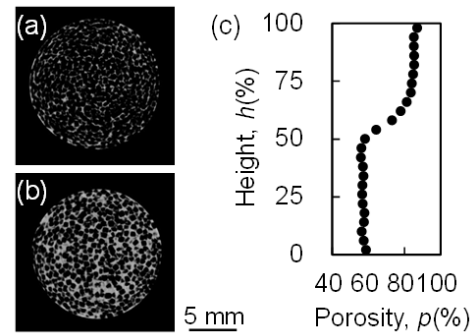


Fig. 1. Cross-sectional two-dimensional X-ray CT images perpendicular to compression direction of (a) upper layer ( $\phi = 80\%$ ), (b) lower layer ( $\phi = 60\%$ ), and (c) distribution of porosity, of 80/60 porous Al compression test specimen<sup>(20)</sup>.

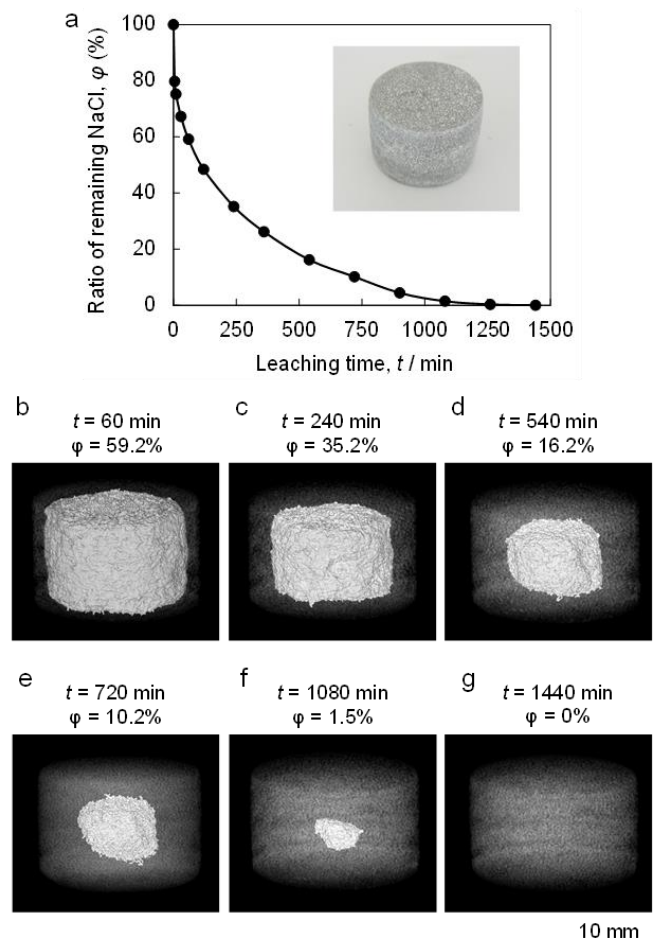


Fig. 2. (a) Relationship between ratio of remaining NaCl and leaching time along with appearance of as-sintered Al/NaCl composite before removal process. (b)-(g) NaCl region in the specimen with (b)  $\phi = 59.2\%$ , (c)  $\phi = 35.2\%$ , (d)  $\phi = 16.2\%$ , (e)  $\phi = 10.2\%$ , (f)  $\phi = 1.5\%$ , and (g)  $\phi = 0\%$ <sup>(23)</sup>

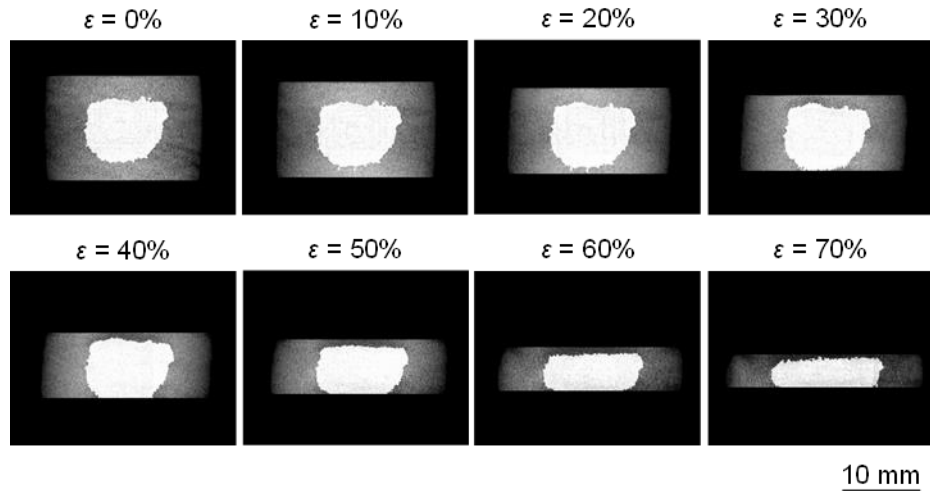


Fig. 3. Deformation images during compression tests of Al/NaCl composite ( $\phi = 11.1\%$ )<sup>(23)</sup>

される A6061 Al-Mg-Si アルミニウム合金からなる 3 層傾斜機能ポーラス Al の作製を試みた。作製した傾斜機能ポーラス Al は、静的圧縮試験によって圧縮特性の評価を行った。

## 2. 2 実験方法

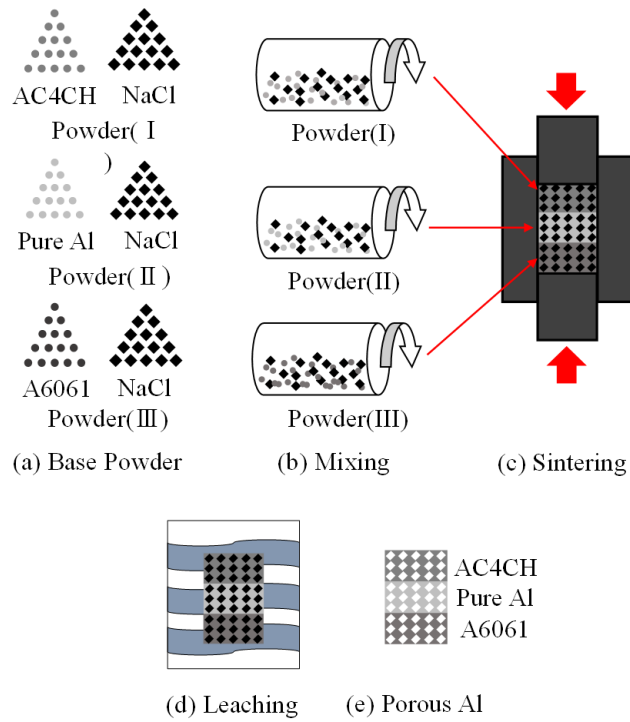
Fig. 4 に 3 層傾斜機能ポーラス Al の作製方法を示す。まず、出発材として Al-Si-Mg 系合金である AC4CH 粉末 (粒径約 25  $\mu\text{m}$ )、純 Al 粉末 (粒径約 20  $\mu\text{m}$ )、A6061 合金粉末 (粒径約 10  $\mu\text{m}$ ) とスペーサーとして NaCl 粉末 (粒径 355–425  $\mu\text{m}$ ) を用いた。これらの粉末から、NaCl 体積割合が 70% となるようにそれぞれの Al 粉末と NaCl 粉末を混合し、3 種類の混合粉末を作製した。作製した混合粉末を黒鉛型に上から AC4CH 層、純 Al 層、A6061 層の 3 層になるように直径 20 mm、高さ 40 mm の黒鉛型に充填した。上下から黒鉛パンチによって圧力を加え、放電プラズマ焼結 (Spark Plasma Sintering, SPS) 装置 (住友石炭鉱業株式会社製 SPS-1050) で焼結を行った。焼結条件は圧縮圧力 50 Mpa、焼結温度 520  $^{\circ}\text{C}$ 、保持時間 5 分で行った。焼結後、試験片を取り出し静水中で水洗することでスペーサーである NaCl を除去し、ポーラス Al を作製した。除塩後、電気炉で乾燥させ、3 層の傾斜機能ポーラス Al を得た。作製したポーラス Al は、X 線 CT 画像によりポーラス Al の非破壊観察を行った後、クロスヘッド速度 4

mm/min で静的圧縮試験を行った。

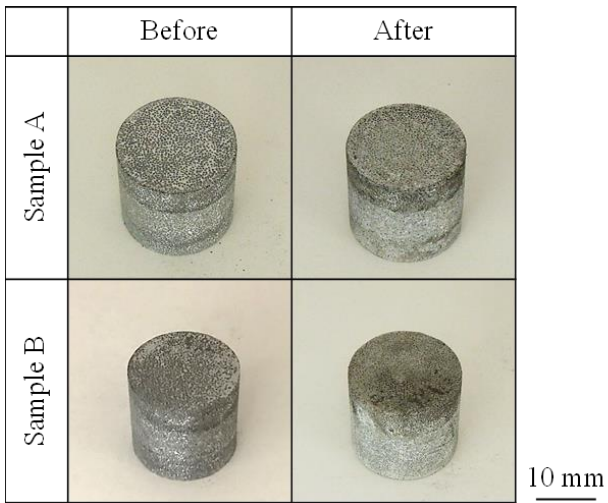
## 2. 3 実験結果

Fig. 5 に作製したポーラス Al の脱塩前と後の外観写真を示す。焼結が不十分である場合や、NaCl が偏析している場合には、脱塩後に側面などに崩れなどが散見されるが、本研究の場合は見られず、十分に焼結できていることがわかる。

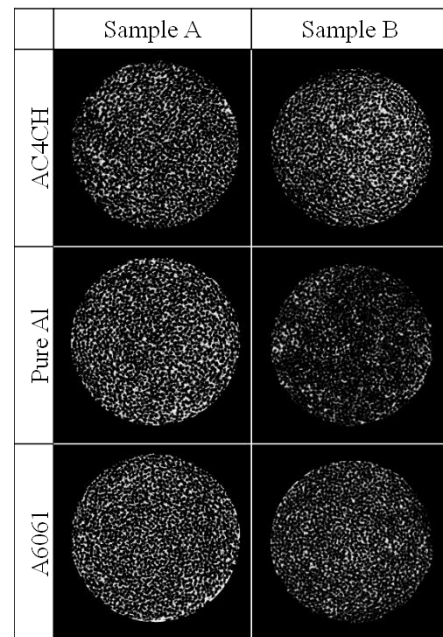
Fig. 6 に作製したポーラス Al の AC4CH 層、純 Al 層、A6061 層の X 線 CT 画像を示す。Fig. 6 より、各層ともにスペーサーである NaCl は残留することなく完全に除去されており、スペーサー法の特徴であるオープンセル構造の気孔形態を有していることが確認できた。各層においては、偏析や凝縮、静水中における水洗による試験片の崩れは見られないことより、焼結は十分に行われていたと考えられる。Fig. 7 に圧縮試験時におけるポーラス Al の圧縮挙動を示す。本研究で使用した合金の引張強度は、AC4CH が 260 MPa、Pure Al が 88 MPa、A6061 が 310 MPa であり、pure Al が一番弱いものである。しかしながら、各層のプラトー応力が非常に近い値であったため、マクロの観察では、ほぼ同時に変形している様子が観察された。今後、各層の気孔率もドラスティックに変えることで、変形挙動や、プラトー応力の制御も可能になるものと期待される。



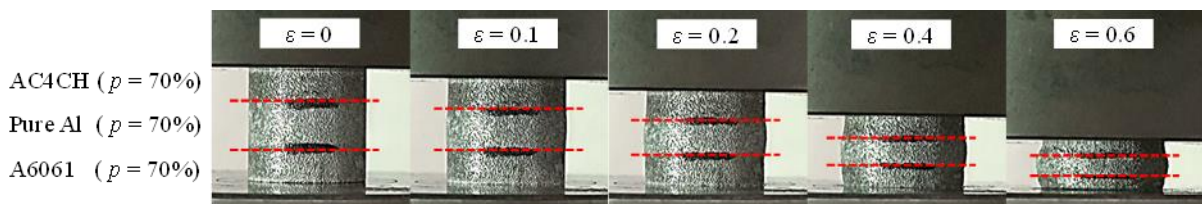
**Fig. 4.** Schematic illustration of sintering process for fabricating porous Al



**Fig. 5.** Fabricated functionally graded porous Al



**Fig. 6.** Images of cross-sectional X-ray CT



**Fig. 7.** Compressive deformation behavior of porous aluminum

## 2. 4 まとめ

本研究では放電プラズマ焼結を用いて3層の異種アルミニウム合金を用いた傾斜機能ポーラス Al の作製を試みた。各層ともに NaCl は残留することなく除去され、十分に焼結していた。圧縮挙動では、各層が同じように変形している挙動が観察された。また、試験片の崩れるような挙動は見られなかったため、各層において焼結は十分行われていたと考えられる。今後、各層の気孔率を検討することで3層の傾斜機能ポーラス Al の作製は可能であると考えられる。

## 3. おわりに

以上の知見より、異種合金を用いることで気孔率一定(気孔形態一定)を維持しながら、傾斜機能ポーラスアルミニウムとすることができると分かる。

最後に、本研究は、公益財団法人ソルト・サイエンス研究財団の平成30年度の研究助成のもと行われました。ここに記して同財団に心より御礼申し上げます。

## 文献

- (1) J. Banhart, *Int. J. Veh. Des.* 37 (2005) 114.
- (2) T. Miyoshi, T. Hamada, H. Kanahashi, *KOBE STEEL ENGINEERING REPORTS* 57 (2007) 95.
- (3) A. Pollien, Y. Conde, L. Pambaguian, A. Mortensen, *Mater. Sci. Eng. A* 404 (2005) 9.
- (4) A. H. Brothers, D. C. Dunand, *Mater. Sci. Eng. A* 489 (2008) 439.
- (5) A. Hassani, A. Habibolahzadeh, H. Bafti, *Mater. Des.* 40 (2012) 510.
- (6) S.-Y. He, Y. Zhang, G. Dai, J.-Q. Jiang, *Mater. Sci. Eng. A* 618 (2014) 496.
- (7) K. Shinagawa, Shape Change and Pore Distribution in Aluminum Powder Compacts by Graded Foaming, in: L. P. Lefebvre, J. Banhart, D. C. Dunand (Eds.), *Porous Metals and Metallic Foams*, DEStech Publications Inc., 2008, pp. 95.
- (8) R. Suzuki, K. Kitazono, *J. Japan Inst. Metals* 72 (2008) 758.
- (9) Y. Hangai, K. Takahashi, T. Utsunomiya, S. Kitahara, O. Kuwazuru, N. Yoshikawa, *Mater. Sci. Eng. A* 534 (2012) 716.
- (10) Y. Hangai, K. Takahashi, R. Yamaguchi, T. Utsunomiya, S. Kitahara, O. Kuwazuru, N. Yoshikawa, *Mater. Sci. Eng. A* 556 (2012) 678.
- (11) Y. Hangai, K. Saito, T. Utsunomiya, O. Kuwazuru, N. Yoshikawa, *Mater. Sci. Eng. A* 613 (2014) 163.
- (12) Y. Hangai, N. Kubota, T. Utsunomiya, H. Kawashima, O. Kuwazuru, N. Yoshikawa, *Mater. Sci. Eng. A* 639 (2015) 597.
- (13) Y. Y. Zhao, D. X. Sun, *Scr. Mater.* 44 (2001) 105.
- (14) M. Hakamada, Y. Yamada, T. Nomura, Y. Q. Chen, H. Kusuda, M. Mabuchi, *Mater. Trans.* 46 (2005) 2624.
- (15) M. Hakamada, M. Mabuchi, *J. Japan Inst. Light Metals* 62 (2012) 313.
- (16) R. S. Mishra, Z. Y. Ma, *Mater. Sci. Eng. R-Rep.* 50 (2005) 1.
- (17) Y. Hangai, H. Yoshida, N. Yoshikawa, *Metall. Mater. Trans. A* 43 (2012) 802.
- (18) Y. Hangai, K. Zushida, H. Fujii, R. Ueji, O. Kuwazuru, N. Yoshikawa, *Mater. Sci. Eng. A* 585 (2013) 468.
- (19) Y. Hangai, K. Zushida, O. Kuwazuru, N. Yoshikawa, *J. Mater. Process. Technol.* 214 (2014) 1721.
- (20) Y. Hangai, A. Ishihara, T. Utsunomiya, O. Kuwazuru, N. Yoshikawa, *J. Jpn. Inst. Met. Mater.* 80 (2016) 390.
- (21) Y. Hangai, T. Morita, S. Koyama, O. Kuwazuru, N. Yoshikawa, *J. Mater. Eng. Perform.* 25 (2016) 3691.
- (22) M. Hakamada, T. Kuromura, Y. Chino, Y. Yamada, Y. Chen, H. Kusuda, M. Mabuchi, *Mater. Sci. Eng. A* 459 (2007) 286.
- (23) Y. Hangai, K. Zushida, O. Kuwazuru, N. Yoshikawa, *Mater. Trans.* 57 (2016) 748.

# Fabrication of Functionally Gradient Porous Aluminum Using NaCl as Space Holder

Yoshihiko Hangai, Ryosuke Suzuki

Faculty of Science and Technology, Gunma University

## Summary

Functionally graded (FG) aluminum (Al) foam, which consists of multilayers of different Al foams, is expected to exhibit higher functionality than ordinary uniform Al foam. In this study, a three-layered FG Al foam with different types of Al (pure Al, AC4CH and A6061 with different tensile strength) were fabricated by a sintering and dissolution process using spark plasma sintering (SPS). From X-ray computed tomography (CT) inspection of the obtained foams, it was confirmed that NaCl was completely removed from the foams by dissolution. In addition, the FG Al foams in each layer had almost constant porosity (NaCl volume fraction,  $V_f$ ) with seamless bonding between the layers. From the static compression tests of uniform foams, it was shown that the compression properties cannot be controlled by varying the type of Al, which is a different tendency to the mechanical properties of the bulk materials. It is expected that the compression properties can be controlled by varying the porosity of each layer, regardless of the type of Al. By varying the porosities of FG Al foams, it is expected that the foams exhibited multiple compression properties corresponding to the deformation of each layer for various  $V_f$  and different types of Al, which were similar to those of the corresponding uniform foams. The advantage of varying the type of Al is that the mechanical properties of foams can be controlled without changing their geometric structures. Therefore, FG Al foams with various  $V_f$  and types of Al are expected to enable the optimum design of foams used for structural materials.