

NaCl スペーサーによる多孔質アルミニウムの傾斜機能化

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、sintering and dissolution process を用いて3層構造ポーラスアルミニウムの作製を試み、多層化へのパイロットスタディを行う。放電プラズマ焼結法を使った sintering and dissolution process では、NaCl とアルミニウムの割合を変化させることで、気孔率も容易に変化させることができる。気孔率を一定とし、合金種のみを変化させた場合、および合金種と気孔率をともに変化させた場合について作製を試みる。X線CTにより作製したポーラスアルミニウムの気孔形態を観察した後、静的圧縮試験に供する。それぞれの層の単体のポーラスアルミニウムの圧縮特性と比較することで、3層構造ポーラスアルミニウムの力学的特性について検討した。それぞれの層の気孔率(気孔の体積割合)が70%一定、およびそれぞれ80%、75%、70%となるような2種類の傾斜機能ポーラスアルミニウムを作製した。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。まず、単体の応力-ひずみ線図からプラトー応力は、気孔率70%一定の場合、純Alで10.2 MPa、A6061で18.6 MPa、AC4CHで17.2 MPaであった。A6061とAC4CHのプラトー応力の差は小さいが、気孔率70%一定であっても、合金種によって違いが現れることがわかる。気孔率を変化させた場合、プラトー応力は、純Al(80%)で3.3 MPa、A6061(75%)で13.2 MPaであり、更に力学特性を変えることができることがわかる。次に、それぞれの層の気孔率が80%、75%、70%となる傾斜機能ポーラスアルミニウムでは、それぞれの層の変形に対応するプラトー応力が現れた。しかしながら、それぞれの層の気孔率が70%一定の場合、それぞれの層のプラトー応力がオーバーラップしているため、傾斜機能ポーラスアルミニウムでは、それぞれの層の変形に対応する明確なプラトー応力は現れなかった。

1. はじめに

ポーラスアルミニウムは軽量で衝撃吸収特性に優れた素材である^(1, 2)。このようなポーラスアルミニウムを傾斜化することで、更に多機能な素材になることが期待される。ポーラスアルミニウムの傾斜化は、主に気孔率の変化によるものが多数研究されている。Pollien ら⁽³⁾は、スペーサーである塩化ナトリウム(NaCl)の割合を変化させた前駆体を層状に積層させ、そこにアルミニウム溶湯を注ぎ、凝固後NaClを水中で溶解することで、気孔率を傾斜化させたポーラスアルミニウムを作製した。Brothers ら⁽⁴⁾は密度が傾斜化している前駆体であるポリウレタンフォームを用いて、同

様に気孔率を傾斜化させたポーラスアルミニウムを作製した。プリカーサ発泡法^(5, 6)を用いたものでは、品川ら⁽⁷⁾、鈴木ら⁽⁸⁾、著者ら^(9, 10)が、プリカーサ中の発泡剤量を制御することにより、傾斜機能ポーラスアルミニウムの作製を試みている。He ら⁽¹¹⁾は溶湯発泡法により、凝固のタイミングを変えることで傾斜機能ポーラスアルミニウムを作製した。Sintering and dissolution process^(12, 13)を用いたものでは、アルミニウム粉末とスペーサーであるNaCl粉末の割合を変化させて積層させ焼結し、その後水洗によりNaClを除去することで、傾斜機能ポーラスアルミニウムの作製を試みている^(14, 15)。

ポーラスアルミニウムの傾斜化の方法には、もう一つ、合金種を変化させるものも考えられる。プリカーサ発泡法を用いたものでは、工業用純アルミニウム A1050 と Al-Mg-Si 系アルミニウム合金 A6061 の組合せからなる 2 層構造のポーラスアルミニウムの試みられている^(16, 17)。

Sintering and dissolution process を用いたものでは、純 Al と ADC12 の組合せや純 Al と AC4CH からなる 2 層構造のポーラスアルミニウムが試みられている⁽¹⁸⁾。合金種を変化させることで、気孔形態を変化させることなく力学特性を変化させられたり、耐食性を表面に付与できるなど多機能化できることが期待される。しかしながら、合金種を変化させ多層化させた傾斜機能ポーラスアルミニウムに関する研究は少ない。

そこで本研究では、sintering and dissolution process を用いて 3 層構造ポーラスアルミニウムの作製を試み、多層化へのパイロットスタディを行う。Sintering and dissolution process では、NaCl とアルミニウムの割合を変化させることで、気孔率も容易に変化させることができる。気孔率を一定とし、合金種のみを変化させた場合、および合金種と気孔率をともに変化させた場合について作製を試みる。X 線 CT により作製したポーラスアルミニウムの気孔形態を観察

した後、静的圧縮試験に供する。それぞれの層の単体のポーラスアルミニウムの圧縮特性と比較することで、3 層構造ポーラスアルミニウムの力学的特性について検討したので報告する。

2. 研究方法

Fig. 1 に 3 層のポーラス Al の作製過程の概要図を示す。まず Fig. 1(a)のように、出発材として純 Al 粉末(粒径約 20 μm)、A6061 合金粉末(粒径約 10 μm)、Al-Si-Mg 系合金 AC4CH 粉末(粒径約 25 μm)とスペーサーとして NaCl 粉末(粒径 355 - 425 μm に整粒)を用いた。それぞれの層の気孔率(気孔の体積割合)が 70%一定、およびそれぞれ 80%, 75%, 70%となるように各アルミニウム粉末と NaCl 粉末を Fig. 1(b)のようにそれぞれ混合した。作製した混合粉末を黒鉛型に上から、純 Al 層、A6061 層、AC4CH 層の 3 層になるように Fig. 1(c)のように充填し、上下のパンチで圧粉し、放電プラズマ焼結(Spark Plasma Sintering, SPS)を行った。SPS 条件は過去の研究⁽¹⁹⁾を参考に圧縮圧力 50 MPa、焼結温度 520°C、保持時間 5 分で行った。焼結後、試験片を取り出し Fig. 1(d)のように流水中で水洗することでスペーサーである NaCl を除去した。

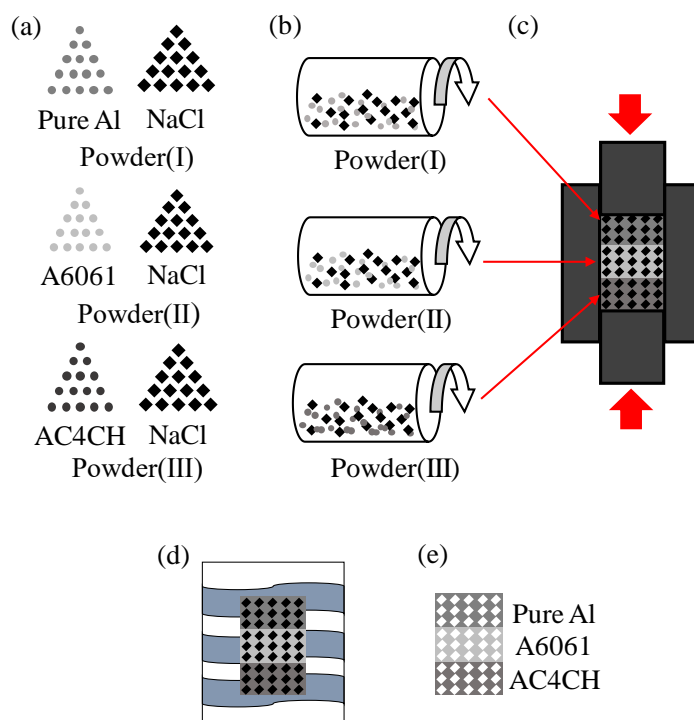


Fig. 1 Schematic illustration of fabricating three-layered porous aluminum. (a) Base powder. (b) Mixing. (c) Sintering. (d) Leaching. (e) Porous Al.

除塩後、電気炉で乾燥させ、Fig. 1(e)のように高さ約 20 mm の 3 層構造ポーラスアルミニウムを得た。本研究では、気孔率 70% 一定の試料を 2 個 (Sample I, II と呼ぶ) と、気孔率が変化する試料を 2 個 (Sample III, IV と呼ぶ) 作製した。

得られた発泡アルミニウムは、内部気孔形態を観察するため、X 線 CT による非破壊観察を行った。X 線管電圧は 80 kV、X 線管電流は 30 μ A、コーンビーム CT 撮像を行った。

静的圧縮試験は、万能試験機を用いて圧縮速度 4 mm/min で行った。その際、ビデオカメラにより圧縮変形挙動も撮影した。

3. 研究結果

Fig. 2(a), (b) に Sample I, III の焼結後の試料写真を示す。3 層とも崩れなど見られず、焼結できている様子が見られる。Fig. 2(c), (d) にそれぞれ Sample I, III の除塩後の

試料中央近傍の縦断面 X 線 CT 画像を示す。Sample I のそれぞれの層の X 線 CT 画像から得られた気孔率の平均値は、下から 65%, 67%, 72% であり、Sample III では下から 67%, 75%, 84% であった。他の試料についても同様の傾向であった。用いたアルミニウム粉末の粒径によって、偏析が起きたり、X 線 CT 画像の解像度のため気孔率が若干ばらつくものの、ほぼ意図した気孔率分布のポーラスアルミニウムが得られていることがわかる。

Fig. 3 に単体の応力-ひずみ線図を示す。ひずみ $\epsilon = 0.2 - 0.3$ における応力の平均値であるプラトー応力^(20, 21)は、気孔率 70% 一定の場合、純 Al で 10.2 MPa、A6061 で 18.6 MPa、AC4CH で 17.2 MPa であった。A6061 と AC4CH のプラトー応力の差は小さいが、気孔率 70% 一定であっても、合金種によって違いが現れることがわかる。

気孔率を変化させた場合、プラトー応力は、純 Al (80%) で 3.3 MPa、A6061 (75%) で 13.2 MPa であり、更に力学特性を変えることができることがわかる。

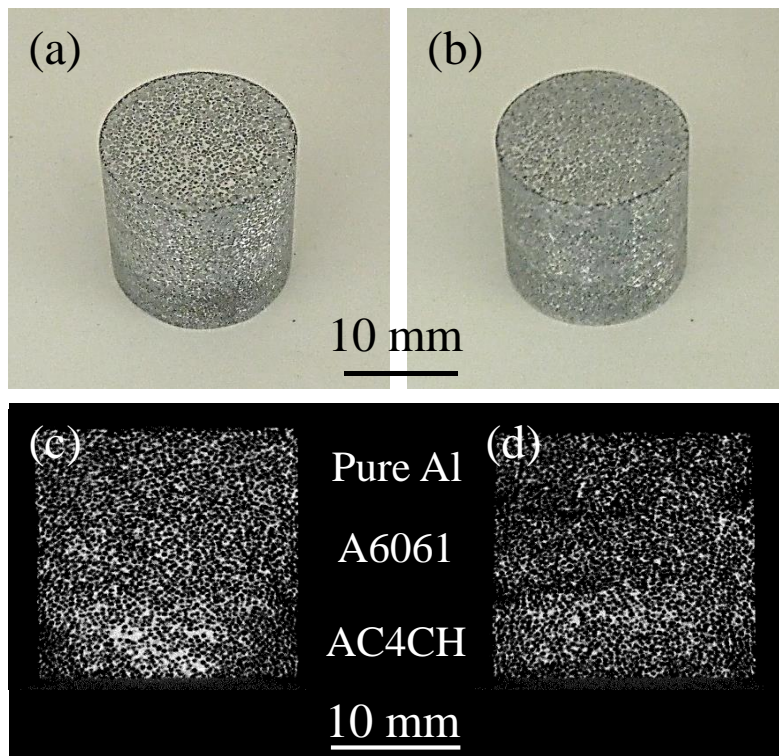


Fig. 2 (a) Photo of as sintered Sample I. (b) Photo of as sintered Sample III. (c) X-ray CT image of longitudinal cross-section of Sample I. (d) X-ray CT image of longitudinal cross-section of Sample III.

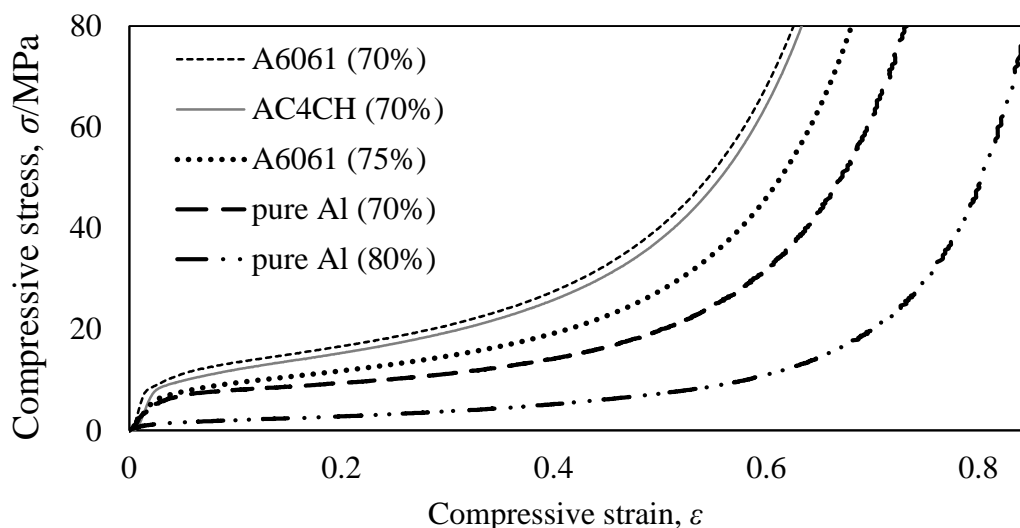


Fig. 3 Stress-strain curves of uniform aluminum foams.

Fig. 4(a)と(b)に Sample III の圧縮変形挙動と応力-ひずみ曲線を示す。まず一番上の純 Al (80%) 層のみが変形を開始する。その後、 $\epsilon = 0.2$ あたりで真ん中の A6061 (75%) 層が変形を開始し、純 Al とともに変形が進行する。ここで、 $\epsilon = 0 - 0.2$ で純 Al 層のみが変形したと仮定すると、純 Al 層は $\epsilon = 0.2$ 時点で、ひずみ約 0.6 圧縮変形していることとなる。すなわち、 $\epsilon = 0.2$ までの変形量 4 mm がすべて純 Al 層の初期厚さ 6.7 mm を変形するのに使われたと仮定すると、ひずみは約 0.6 となる。この時の純 Al 単体の応力は約 10 MPa であり、これは A6061 単体のひずみ約 0.1 に相当するため、A6061 層の変形も始まっており、 $\epsilon = 0.2$ あたりから、両者一緒に変形するものと考えられる。同様に、 $\epsilon = 0.4$ あたりで、一番下の AC4CH (70%) 層の変形が開始され、全ての層が一体となって変形する。

Fig. 5(a)と(b)に Sample I の圧縮変形挙動と応力-ひずみ曲線を示す。まず一番上の純 Al (70%) 層のみが変形を開始しているように見えるが、ほぼ全ての層が一体となって変形しているようである。単体のプラトー応力が定義されているひずみ $\epsilon = 0.2 - 0.3$ の範囲の応力を見ると、A6061 (70%) では 16.6 - 20.7 MPa、AC4CH (70%) では 15.3 - 19.4 MPa と上昇傾向にあり、A6061 と AC4CH のプラトー応力はオーバーラップしていることがわかる。それぞれのプラトー応力が近い場合には、このようにオーバーラップしてしまうことがわかる。すなわち、 p が一定の場合で

は、明瞭な 3 段階からなるプラトー領域を示さない。プラトー応力の上昇は加工硬化と言われているが⁽²²⁾、詳細は不明であり、本研究のように変形層が変化する場合もそうなのか、今後検討が必要である。

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。本ポーラス Al は、加工硬化によりプラトー領域においても応力が徐々にあがってしまうため、母材どうしのプラトー応力が近い合金どうしでは、明確なプラトー応力の違いが現れないが、気孔率も変化させることで明確なプラトー応力を出現させることが可能と考えられる。

5. おわりに

以上の知見より、気孔率を変化させながら異種合金を変化させることで、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 2019 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。

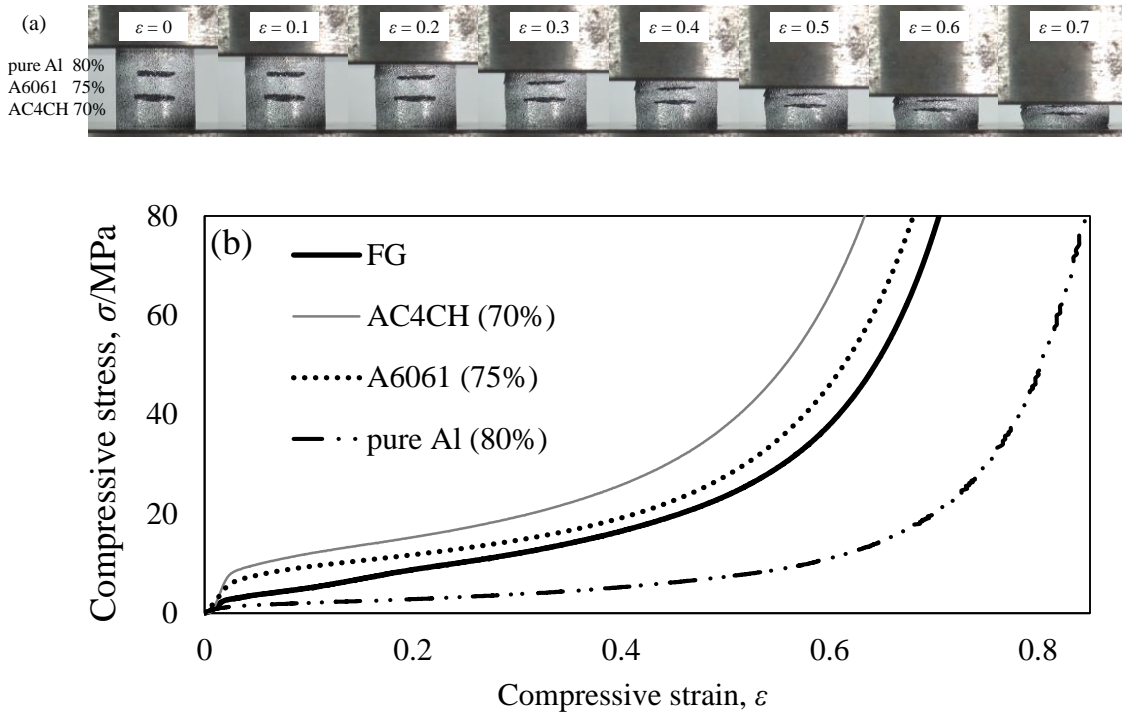


Fig. 4 (a) Deformation behavior and (b) stress–strain curves of functionally graded aluminum foam (Sample III) and uniform aluminum foams.

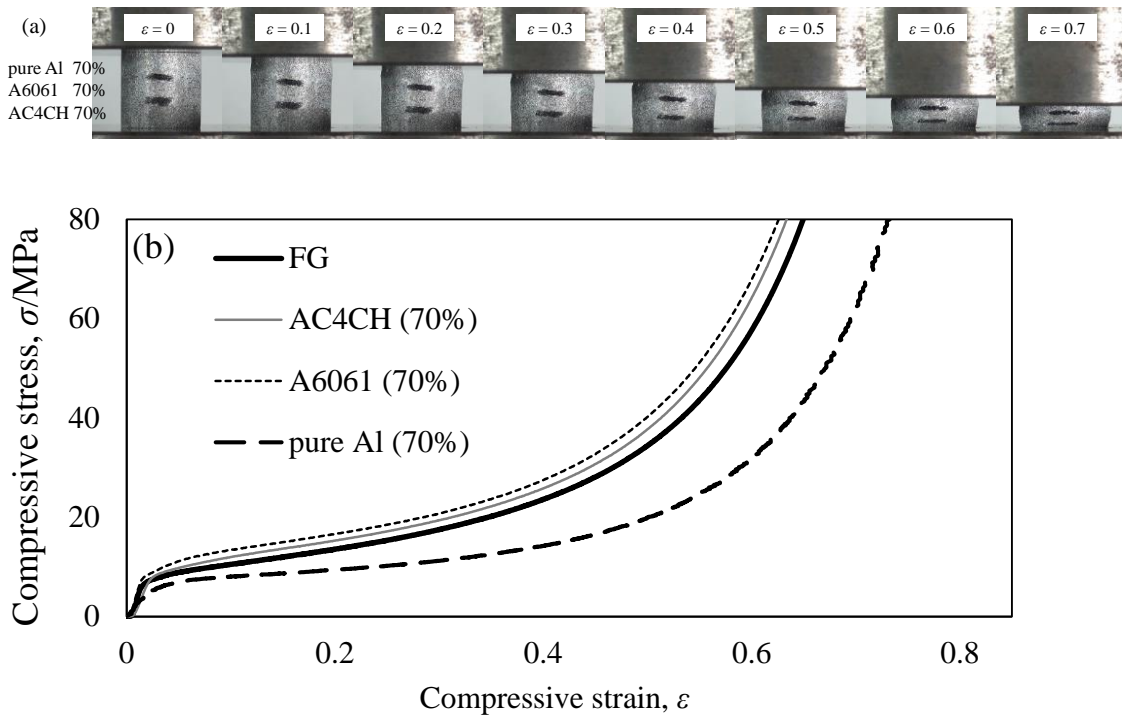


Fig. 5 (a) Deformation behavior and (b) stress–strain curves of functionally graded aluminum foam (Sample I) and uniform aluminum foams.

6. 文献

- (1) Gibson L. J., Mechanical behavior of metallic foams, *Annu Rev Mater Sci*, Vol.30, (2000), pp.191-227.
- (2) Banhart J., Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams, *Prog Mater Sci*, Vol.46, No.6 (2001), pp.559-632.
- (3) Pollien A., Conde Y., Pambaguian L. and Mortensen A., Graded open-cell aluminium foam core sandwich beams, *Mater Sci Eng A*, Vol.404, No.1-2 (2005), pp.9-18.
- (4) Brothers A. H. and Dunand D. C., Mechanical properties of a density-graded replicated aluminum foam, *Mater Sci Eng A*, Vol.489, No.1-2 (2008), pp.439-443.
- (5) Baumgartner F., Duarte I. and Banhart J., Industrialization of powder compact foaming process, *Adv Eng Mater*, Vol.2, No.4 (2000), pp.168-174.
- (6) Duarte I. and Banhart J., A study of aluminium foam formation - Kinetics and microstructure, *Acta Mater*, Vol.48, No.9 (2000), pp.2349-2362.
- (7) Shinagawa K. Shape Change and Pore Distribution in Aluminum Powder Compacts by Graded Foaming. In: *Porous Metals and Metallic Foams*. Lefebvre Louis Philippe, Banhart John, Dunand David C., editors.: DEStech Publications Inc., 2008, pp. 95-98.
- (8) Suzuki R. and Kitazono K., Effect of graded pore distribution on thermal insulation of metal foam, *J Japan Inst Metals*, Vol.72, No.9 (2008), pp.758-762.
- (9) Hangai Y., Takahashi K., Utsunomiya T., Kitahara S., Kuwazuru O. and Yoshikawa N., Fabrication of functionally graded aluminum foam using aluminum alloy die castings by friction stir processing, *Mater Sci Eng A*, Vol.534, (2012), pp.716-719.
- (10) Hangai Y., Takahashi K., Yamaguchi R., Utsunomiya T., Kitahara S., Kuwazuru O. and Yoshikawa N., Nondestructive observation of pore structure deformation behavior of functionally graded aluminum foam by X-ray computed tomography, *Mater Sci Eng A*, Vol.556, (2012), pp.678-684.
- (11) He S.-Y., Zhang Y., Dai G. and Jiang J.-Q., Preparation of density-graded aluminum foam, *Mater Sci Eng A*, Vol.618, (2014), pp.496-499.
- (12) Zhao Y. Y. and Sun D. X., A novel sintering-dissolution process for manufacturing Al foams, *Scr Mater*, Vol.44, No.1 (2001), pp.105-110.
- (13) 袴田昌高 and 馬淵守, スペーサー法による微細孔ポーラス金属の創製と特性評価, *軽金属*, Vol.62, No.8 (2012), pp.313-321.
- (14) Hangai Y., Morita T., Koyama S., Kuwazuru O. and Yoshikawa N., Functionally graded aluminum foam fabricated by friction powder sintering process with traversing tool, *J Mater Eng Perform*, Vol.25, No.9 (2016), pp.3691-3696.
- (15) 半谷禎彦, 石原綾乃, 宇都宮登雄, 桑水流理 and 吉川暢宏, 気孔率を変化させた 2 層構造ポーラスアルミニウムの摩擦粉末焼結法による作製とその圧縮特性, *日本金属学会誌*, Vol.80, No.6 (2016), pp.390-393.
- (16) Hangai Y., Saito K., Utsunomiya T., Kuwazuru O. and Yoshikawa N., Fabrication and compression properties of functionally graded foam with uniform pore structures consisting of dissimilar A1050 and A6061 aluminum alloys, *Mater Sci Eng A*, Vol.613, (2014), pp.163-170.
- (17) Hangai Y., Kubota N., Utsunomiya T., Kawashima H., Kuwazuru O. and Yoshikawa N., Drop weight impact behavior of functionally graded aluminum foam consisting of A1050 and A6061 aluminum alloys, *Mater Sci Eng A*, Vol.639, (2015), pp.597-603.
- (18) Hangai Y., Morita T. and Utsunomiya T., Functionally graded aluminum foam consisting of dissimilar aluminum alloys fabricated by sintering and dissolution process, *Mater Sci Eng A*, Vol.696, (2017), pp.544-551.
- (19) Hangai Y., Morita T. and Utsunomiya T., Functionally graded aluminum foam consisting of dissimilar aluminum alloys fabricated by sintering and dissolution process, *Materials Science and Engineering: A*, Vol.696, (2017), pp.544-551.

- (20) 日本工業規格. JIS-H-7902 ポーラス金属の圧縮試験方法, (2016), 日本工業標準調査会.
- (21) 日本工業規格. JIS-H-7009 ポーラス金属用語 (2016), 日本工業標準調査会.
- (22) Fischer S. F., Energy absorption efficiency of open-cell pure aluminum foams, Mater Lett, Vol.184, (2016), pp.208-210.

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) and different porosities 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 can be controlled by varying the type of Al and porosities. From the static compression tests of FG Al foam, it was shown that the foams exhibited multiple compression properties corresponding to the deformation of each layer for various V_f and different types of Al. The advantage of varying the type of Al is that the other properties of foams such as corrosion resistance 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.