摩擦粉末焼結法によるオープンセル型
ポーラスアルミニウムの作製

半谷 禎彦*・石原 綾乃**・桑水流 理***・吉川 暢宏****

Journal of The Japan Institute of Light Metals, Vol. 64, No. 12 (2014), 628–632

© 2014 The Japan Institute of Light Metals

Fabrication of open-cell porous aluminum by
friction powder sintering process

Yoshihiko HANGAI*, Ayano ISHIHARA**, Osamu KUWAZURU*** and Nobuhiro YOSHIKAWA****

A new friction powder compaction process by the sintering and dissolution process route for fabricating open-cell porous aluminum (Al), which requires no external heat sources except friction heat, was developed. The sintering of the mixture of Al and NaCl powders was conducted only by a rotating tool plunged into the mixture. Namely, the sintering of the mixture was achieved because of the friction heat and pressing load generated by the rotating tool plunged into the mixture. In this study, porous Al with porosities of 60%, 70% and 80% were successfully fabricated. Their pore structures were observed by SEM and X-ray computed tomography (CT), and their mechanical properties were investigated by compression tests. It was found that almost the entire specimen had pore structures similar to the NaCl morphology regardless of the porosity. Plateau stress decreased with increasing porosity indicating strong relationships between them. Porous Al exhibited ductile fracture regardless of its porosity, which is considered to be attributed to the good bonding between Al particles.

(Received April 20, 2014 Accepted July 31, 2014)

Keywords: cellular materials, sintering and dissolution process, friction welding, X-ray computed tomography, foam

1. 緒 言

ポーラス金属は内部に多くの気孔が存在することから、軽量であるとともに、衝撃吸収特性や吸音特性など多くの機能を発現させることができる¹⁾。特にオープンセル型（連通気孔型）ポーラス金属は、気孔と気孔がつながっているため、気体や流体の流路とすることが可能である。比表面積が大きいため、ヒートシンクなどへの適用が期待されている^{2), 3)}。

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^{4)~7)}。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, 以下SDP）がある^{8)~12)}。SDPは、まず金属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金属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、混合する金属粉末とNaCl粉末の体積の割合が、ほぼそのまま作製するポーラス金属の気孔率（試料全体に対する気孔の体積率）となる。そのため、SDPは気孔形態を容易に制御できる。さらに、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、さらなる生産性・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¹³⁾や摩擦圧接¹⁴⁾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^{15)~17)}。本手法は、あらかじめ金属板にあっ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し込み、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。NaClの融点（1074K）は純アルミニウムの融点（933K）よりも高いため、焼結中にNaClは溶融しない。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、通常の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

*群馬大学大学院理工学府知能機械創製部門（〒376-8515 群馬県桐生市天神町1-5-1）。Division of Mechanical Science and Technology, Faculty of Science and Technology, Gunma University (1-5-1 Tenjin-cho, Kiryu-shi, Gunma 376-8515). E-mail: hanhan@gunma-u.ac.jp

**群馬大学大学院理工学府理工学専攻知能機械創製理工学教育プログラム、大学院生（桐生市）。Division of Mechanical Science and Technology, Graduate School of Science and Technology, Gunma University (Kiryu-shi, Gunma).

***福井大学大学院工学研究科原子力・エネルギー安全工学専攻（福井市）。Department of Nuclear Power & Energy Safety Engineering, Graduate School of Engineering, University of Fukui (Fukui-shi, Fukui).

****東京大学生産技術研究所（目黒区）。Institute of Industrial Science, The University of Tokyo (Meguro-ku, Tokyo).

Fig. 1 Schematic illustration of friction powder sintering process based on sintering and dissolution process route for fabricating open-cell porous Al.

とが期待される。過去の研究において、穴をあけた金属板としてアルミニウム板を用いてポラスアルミニウムの作製を試みたが、焼結が若干弱い傾向が見られた¹⁵⁾。そこで、アルミニウムよりも高融点で熱伝導性に優れた銅板を用いることで、気孔率74%のポラスアルミニウムにおいて、強い焼結が得られることがわかった¹⁶⁾。

本研究では、摩擦粉末焼結法により銅板を用いて気孔率が60%, 70%, 80%となるようなポラスアルミニウム (Al) の作製を試み、それぞれの気孔率で強い焼結によるポラスAlが作製可能か検討する。走査型電子顕微鏡 (SEM) およびX線CTによる観察から、本研究で作製したポラスAlにおいても気孔形状がNaClの形状を転写しているか検討する。その上で、作製したポラスAl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 作製方法

摩擦粉末焼結法の概略図をFig. 1に示す。まず、Al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 $425\sim 500\mu\text{m}$ に整粒) を気孔率 p が60%, 70%, 80%となるように混合した。この混合粉末をFig. 1(a)に示すように厚さ $t=10\text{mm}$ の無酸素銅板にあらかじめあけておいた穴 ($\phi=13\text{mm}$) に投入した。この際、無酸素銅板の下に厚さ3mmのSS400バックプレートを敷いた。次に、Fig. 1(b)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1000rpm, 押し込み速度は1mm/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3mmとした。ツールを3mm押し込んだ後、10sそのままの位置で保持し、その後ツールを上昇させた。ツール押し込み中の温度は、無酸素銅にあけた穴の外周から5mmのところを熱電対により測定した。この焼結したものから機械加工により直径13mm, 厚さ4.8mmの円柱形状圧縮試験片を切出した (Fig. 1(c))。その後、Fig. 1(d)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、ポラスAlを得た (Fig. 1(e))。NaClの除去は常温で行った。その際、ある浸漬時間ごとに圧縮試験片を水中から取出し、433Kの加熱炉中に900s入れ乾燥させた上で重量測定を行い、NaCl除去率を測定した。

2.2 X線CT撮像方法

得られた圧縮試験片の気孔形態を観察するためのX線CT撮像は、株式会社島津製作所のマイクロフォーカスX線CT、

Fig. 2 Relationships between tool indentation time t and temperature T during friction powder sintering process for $p=60, 70$ and 80% .

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80kV, X線管電流 $30\mu\text{A}$, 画像サイズ 512×512 pixelとした。このとき、1 pixelの大きさは $40\mu\text{m}$ であった。

2.3 圧縮試験方法

得られたポラスAlの圧縮特性はJIS-H-7902ポラス金属の圧縮試験方法¹⁸⁾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) 1mm/minで行った。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。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。それぞれの気孔率でそれぞれ4試行ずつ行った。

3. 実験結果

Fig. 2に押し込み時間 t と温度 T の関係を示す。 t はツール先端が無酸素銅板および粉末に接触した時点として0としている。ツールが接触し始めると押し込み量の増加とともに温度は急激に上昇する。 $t=50\sim 70\text{s}$ において温度の上昇は徐々に緩やかになる。これは押し込み量の増加により入熱量は増加するものの、温度上昇に伴う放熱量も多くなるためと考えられる。その後、ほぼ一定で推移し最高温度に到達する。押し込みが終わりその場で10s保持している間 ($t=180\sim 190\text{s}$) も温度はほぼ一定である。 $t=190\text{s}$ でツールが上昇すると温度は急激に下がる。この傾向は気孔率にかかわらずほぼ同様であった。最高温度は気孔率によって若干変わるものの、約700Kであった。NaCl粉末を混合せずAl粉末のみ焼結する予備実験において、回転ツールが直接接触した面近傍と回転ツール接触部から一

Fig. 3 Relationship between leaching time and NaCl removal rate for $p=60, 70$ and 80% .

Fig. 4 SEM images of (a) pore structures of fabricated porous Al with $p=70\%$ and (b) NaCl used as spacer.

分離した部分の粉末の温度（熱電対を粉末に入れ計測）は、それぞれ819Kと758Kであった。また、押込中に溶融Alが噴き出すことはなかった。これらのことから、Al粉末はアルミニウムの融点（933K）までは到達していないと考えられる。

Fig. 3に圧縮試験片の水中浸漬時間とNaCl除去率の関係を示す。0%が浸漬前の初期状態で100%になるとNaClがすべて除去されたことを示している。気孔率にかかわらず、浸漬開始後、急速にNaClは除去され、徐々に緩やかになっていく。これは、水に触れやすい試験片の外側からNaClの除去が進み、NaClの除去が進行するとNaClの存在個所が内部だけとなり、除去されにくくなるためである¹⁵⁾。本研究の試験片形状であれば、NaClは $p=80\%$ において約3時間、 $p=60\%$ において約30時間ですべて除去されることがわかる。気孔率が高いほど、NaClの除去の進行が早い傾向にあり、これは、気孔が多いと多くの水が内部まで浸入しやすいためと考えられる。

Fig. 4(a)に気孔率が70%の圧縮試験片の裏表面における気孔のSEM画像を、Fig. 4(b)にスペーサーとして用いたNaClのSEM画像を示す。気孔一つ一つはほぼ四角い形状をしており、NaClの形状がそのまま気孔形状に反映されているのがわかる。気孔壁の一部に穴があいているのが観察されオープンセル構造となっており、この部分から水が浸入しNaClが溶解したものと考えられる。他の気孔率においても同様の傾向であった。ただし、後述のようにツール接触面近傍では気孔形状の変形も一部見られた。

Fig. 5に気孔率60%, 70%, 80%の圧縮試験片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Al母材であり、内部の黒い部分が気孔である。気孔率の増加とともに

Fig. 5 X-ray CT images of pore structures of fabricated porous Al with $p=60, 70$ and 80% taken at middle position.

Fig. 6 X-ray CT images of pore structures of fabricated porous Al with $p=70\%$ taken at upper, middle and lower positions.

Fig. 7 Stress-strain curves for fabricated porous Al with $p=60, 70$ and 80% .

に、白いAl部分が減少していることがわかる。また、気孔率にかかわらずNaClの形状が反映された気孔形状が観察され、圧縮試験片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わかる。この傾向は圧縮試験片のほぼすべての個所で観察された。ただし、Fig. 6に示す気孔率70%の圧縮試験片における高さ方向上部（回転ツールが直接接触した面の近傍）、中部、下部（回転ツール接触部から一番離れた部分）のX線CT画像のように、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となっている。しかしながら、この形状が観察されるのは表面から1mm程度までであり、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。この傾向は気孔率にかかわらずすべての試験片で観察された。

Fig. 7に、気孔率60%, 70%, 80%のポーラスアルミニウム

Fig. 8 Deformation images for compressive strain $\varepsilon=40\%$ during compression tests of fabricated porous Al with $p=60, 70$ and 80% .

Fig. 9 Relationships between porosity p and plateau stress σ_{pl} for fabricated porous Al.

の圧縮試験から得られた圧縮応力 σ と圧縮ひずみ ε の関係を示す。圧縮初期に急激に応力が上昇する弾性領域、その後の応力がほぼ一定で推移するプラトー領域、および圧縮の最後の段階で応力が急激に上昇する緻密化領域の3つの領域が確認され、従来の発泡金属等のポーラス金属の応力-ひずみ曲線¹⁾と同様の傾向を示した。Fig. 8に各気孔率の圧縮ひずみ $\varepsilon=40\%$ における圧縮変形挙動を、圧縮試験の様子をビデオ撮影したものから抽出した画像を示す。SDPにおいて焼結が不足する場合、崩れるような脆性的な変形挙動を示し、低いプラトー応力で応力-ひずみ曲線が不安定に上下に振動することが知られている¹¹⁾。本研究の場合は、どの気孔率においても崩れるような変形挙動は見られず、得られた応力-ひずみ曲線は、それぞれの気孔率において、SDPの先行研究^{9)~11)}の応力-ひずみ曲線とほぼ同様の傾向を示した。すなわち、摩擦粉末焼結法により摩擦熱と押込荷重のみでAl粉末同士の強固な焼結を伴ったポーラスAlを作製できることがわかった。

Fig. 9に、Fig. 7に示した応力-ひずみ曲線から算出したプラトー応力値を各気孔率ごとに示す。ここでプラトー応力はJIS-H-7902「ポーラス金属の圧縮試験方法」に基づき、ひずみ20~30%における応力の平均値とした¹⁸⁾。気孔率の増加とともにプラトー応力が減少しており、両者に相関があることがわかる。すなわち、気孔率を制御することで、ポーラスAlの機械的特性を制御できる可能性が示唆された。しかしながら、同じ気孔率であってもばらつきが存在する。この原因については様々な要因が考えられるが、例えば、Al粉末の粒径により同じ焼結条件であっても、焼結の度合いが異な

Fig. 10 SEM images of aluminum powder particles used in this study.

り圧縮強度に違いが出るということが知られている¹¹⁾。本研究においては、粒径20 μm 以下のAl粉末を用いているが、Fig. 10に示すように、大きさにばらつきがあると同時に、細長くアスペクト比も大きい。このようなことから、焼結の度合いにばらつきが現れた可能性がある。圧縮特性のばらつきを小さくするために、今後さらなる検討を行うことが必要である。

4. 結 言

本研究では、摩擦粉末焼結法により気孔率60%, 70%, 80%のオープンセル型ポーラスAlを作製した。

得られたポーラスAlはスパーサーであるNaClの形状をほぼ反映したものとなっていた。ただし、回転ツール接触面のごく近傍ではツールの回転による影響と考えられる気孔の変形が見られた。圧縮特性は、気孔率にかかわらず他の方法で作製されたポーラスAlとほぼ同様の傾向を示していた。プラトー応力は気孔率の増加とともに低下し、両者に相関があることがわかった。どの気孔率においても、脆性的に崩れるような変形挙動が見られなかったことから、Al粉末同士の焼結は十分行われていると考えられた。本手法により、粉末の焼結が回転ツールと無酸素銅板や粉末との間で発生する摩擦熱および押込荷重のみで行われることが示された。また、スパーサーにNaClを用いることで、スパーサーの除去も常温の水に浸漬するのみであり、熱源を一切用いることなくポーラスAlが得られた。

以上の結果より、摩擦粉末焼結法により摩擦熱以外の外部熱源を用いることなくポーラスAlの作製が可能であることが示唆された。

謝 辞

本研究の遂行にあたり、一般財団法人地域産学官連携ものづくり研究機構の甲本忠史専務理事および久米原宏之常務理事には、SEM観察に関してご協力を頂きました。本研究の一部は、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)平成21年度産業技術研究助成事業および公益財団法人天田財団一般研究開発助成の助成のもと行われました。ここに記して、厚く感謝いたします。

参 考 文 献

- 1) L. J. Gibson: Annu. Rev. Mater. Sci., **30** (2000), 191-227.
- 2) H. Nakajima: Prog. Mater. Sci., **52** (2007), 1091-1173.
- 3) 大串哲朗, 千葉 博, 中嶋英雄: まてりあ, **45** (2006), 228-230.
- 4) J. Banhart: Prog. Mater. Sci., **46** (2001), 559-632.
- 5) 小橋 真: 軽金属, **55** (2005), 327-332.

- 6) 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，シーエムシー出版，(2011)。
- 7) 金武直幸，小橋 眞：軽金属，**62** (2012)，122–134。
- 8) Y. Y. Zhao and D. X. Sun: *Scr. Mater.*, **44** (2001), 105–110。
- 9) D. X. Sun and Y. Y. Zhao: *Metall. Mater. Trans. B*, **34** (2003), 69–74。
- 10) C. E. Wen, M. Mabuchi, Y. Yamada, K. Shimojima, Y. Chino, H. Hosokawa and T. Asahina: *J. Mater. Sci. Lett.*, **22** (2003), 1407–1409。
- 11) M. Hakamada, Y. Yamada, T. Nomura, Y. Q. Chen, H. Kusuda and M. Mabuchi: *Mater. Trans.*, **46** (2005), 2624–2628。
- 12) 袴田昌高，馬潤 守：軽金属，**62** (2012)，313–321。
- 13) 溶接学会編：摩擦攪拌接合—FSWのすべて—，産報出版，(2006)。
- 14) 摩擦圧接協会編：摩擦接合技術，日刊工業新聞社，(2006)。
- 15) Y. Hangai, H. Yoshida and N. Yoshikawa: *Metall. Mater. Trans. A*, **43** (2012), 802–805。
- 16) Y. Hangai, H. Yoshida, O. Kuwazuru and N. Yoshikawa: *Mater. Trans.*, **54** (2013), 1057–1059。
- 17) Y. Hangai, K. Zushida, H. Fujii, R. Ueji, O. Kuwazuru and N. Yoshikawa: *Mater. Sci. Eng. A*, **585** (2013), 468–474。
- 18) JIS-H-7902：ポーラス金属の圧縮試験方法，日本工業標準調査会，(2008)。