ポーラス金属の評価方法に関する JIS および ISO 制定*

鈴木 進補**・小橋 眞***・小野 文夫****・金武 直幸*****

Journal of The Japan Institute of Light Metals, Vol. 67, No. 11 (2017), 554-558

© 2017 The Japan Institute of Light Metals

Publication of JIS and ISO standards for evaluation of porous and cellular metals*

Shinsuke SUZUKI**, Makoto KOBASHI***, Fumio ONO**** and Naoyuki KANETAKE*****

Keywords: porous metal; cellular metal; compression test; energy absorption; thermal conductivity test

1. はじめに

アルミニウムをはじめとする金属を多孔質化（ポーラス化）することにより、低密度、特異な伝熱特性（低熱伝導率、高熱交換効率）、衝撃吸収性、大きな比表面積、特異な内部構造など、これまでの緻密材にはない性質を持たせることができる。したがって、ポーラス金属は、軽量構造材料、断熱材、熱交換材料、衝撃吸収材、電極材料、吸音材などとしての実用化が進められている¹⁾。しかしながら、実用化された例はいまだ限定的であり、今後一層の産業化が望まれている。ポーラス金属を構造材料や機能材料として製品化する際に、その機械的性質や熱的性質の評価法の標準化が必要である。しかしながら、その特異な性質により、ポーラス金属には、従来の緻密体に用いていた評価方法をそのまま適用することができない場合が多い。そのため、産業利用に不可欠なポーラス金属の特性評価方法の標準化が強く望まれていた。

我が国では、この約10年間でポーラス金属に関わる日本工業規格（JIS規格）^{2)~5)}を作成し、国際工業規格（ISO規格）^{6),7)}の作成を主導してきた（表1）。標準化委員会が大阪科学技術センター（OSTEC）により組織され、経済産業省

の支援の下、調査、原案作成を行ってきた。委員会では、世界に先駆け4件のJIS規格と、これらを基にした2件のISO規格を作成した。表1に制定された規格を示す。

まず、従来のノンポーラス材では使われていなかったが、ポーラス金属に特有の性質を表すために必要な用語を定義した。これらをまとめ、「JIS H7009 ポーラス金属用語」²⁾とした。

また、ポーラス金属は、熱的制御のための機能材料として期待されている。ポーラス金属の大きな比表面積は、周囲の環境に放熱するのに有利であり、一方で、ノンポーラス材よりも低い熱伝導率は断熱材として有利である。したがって、これらの特性に必要な熱伝導率の測定方法を標準化した。

さらに、ポーラス金属の性質の中で、最も重要な特性の1つに、衝撃吸収材に必要なエネルギー吸収特性が挙げられる。ポーラス金属には、顕著な応力増加を伴わずに圧縮変形が進行する現象が見られる。例えば、ポーラス金属は、自動車のクラッシュボックスに利用された場合、衝突のエネルギーを吸収しながら、乗員に伝達される力を抑制することができる。このようなエネルギー吸収の定量的評価は、その測定方法やエネルギー吸収の定義に依存するが、従来の緻密材の規格においても規定されていない。そこで、ポーラス金属の圧縮試験方法（準静的）を標準化した。

クローズドセル型ポーラス金属など一部のポーラス金属では、圧縮応力がひずみ速度に依存することが報告されている⁸⁾。したがって、ポーラス金属の圧縮変形挙動は、自動車の衝撃吸収材として用いた場合の高速圧縮変形時と準静的圧縮試験時とで異なる可能性がある。しかしながら、高速圧縮変形試験のための装置や方法は、準静的試験と異なる。したがって、準静的圧縮試験とは独立に、「高速圧縮試験」の標準化を行った。

表1 ポーラス金属の国内および国際規格

規格	JIS	ISO
ポーラス金属用語	H7009 ²⁾	—
熱伝導率試験	H7903 ³⁾	—
（準静的）圧縮試験	H7902 ⁴⁾	13314 ⁶⁾
高速圧縮試験	H7904 ⁵⁾	17340 ⁷⁾

*PRICM2016にて発表

**早稲田大学基幹理工学部機械科学・航空学科、各務記念材料技術研究所（〒169-8555 東京都新宿区大久保3-4-1 59-303） Waseda University, Faculty of Science and Engineering, Department of Applied Mechanics and Aerospace Engineering, Kagami Memorial Research Institute of Materials Science and Technology (3-4-1 Okubo, Shinjuku-ku, Tokyo 169-8555) E-mail: suzuki-s@waseda.jp

***名古屋大学大学院工学研究科物質プロセス工学専攻（名古屋市） Nagoya University, School of Engineering, Department of Materials Science and Engineering (Nagoya-shi, Aichi)

****一般財団法人大阪科学技術センター ニューマテリアルセンター（大阪市） Osaka Science and Technology Center, New Material Center (Osaka-shi, Osaka)

*****名古屋大学名誉教授 Professor Emeritus, Nagoya University (Nagoya-shi, Aichi)

受付日：平成29年9月4日 受理日：平成29年10月7日

本稿は、これらの規格について解説する。

2. ポーラス金属用語²⁾

ポーラス金属に関わる研究者、材料メーカーおよび材料ユーザーが、ポーラス金属の用語について共通の理解ができるよう JIS H7009 ポーラス金属用語において定義した。この規格は、a) ポーラス金属の構造、b) ポーラス金属の製法、および c) ポーラス金属の特性の3つの章で構成されている。

a) ポーラス金属の構造の章では、「ポーラス金属」および「セル構造体」を以下のように定義した。

ポーラス金属：多数の気孔を含み、その気孔を積極的に有効利用する金属。多孔質金属ともいう。一般に数 μm から数 cm の気孔径をもつ。

セル構造体：多数のセルから成る構造体。

ここで、ポーラス金属の形態を (a) ロータス型構造、(b) 独立気孔型 (クローズドセル型) 構造、(c) 連通気孔型 (オープンセル型) 構造、および (d) 複合気孔型構造の4つに分類し、「セル壁」などのポーラス金属特有の構造についての用語を定義した。

b) 製法の章では、例えば「溶湯発泡法」のような各プロセスとそれに関する「気泡安定性」のような用語を定義した。

c) 特性の章では、特性評価に用いる用語を、1) 共通特性 (例：通気抵抗)、2) 力学特性 (例：プラトー応力) および、3) 熱的特性 (例：有効熱伝導率) の3項目に分類し、定義した。

3. 熱伝導率³⁾

JIS H7903 ポーラス金属の熱伝導率測定では、熱伝導特性 (有効熱伝導率、熱抵抗及び熱コンダクタンス) を測定する方法を規定している。

有効熱伝導率は、一方向熱流定常比較法を用いてポーラス金属試験片を通過する熱流束を求めることにより算出する。以下では、ポーラス金属の熱伝導率測定に特徴的な点を説明する。

3.1 原理

図1に試験装置概略を示す。まず、熱伝導率が既知の2個の標準ロッド (上部、下部) およびこれらで挟んだ試験片に、一方向に熱を流し、試験片および標準ロッドにおける定常時の温度分布を取得する (図2)。この温度分布からポーラス金属材料の有効熱伝導率を求める。

3.2 温度測定方法および有効熱伝導率算出方法

厚さが30～50mmの試験片と標準ロッドおよび長手方向に数点設けた測温穴に熱電対を挿入し、厚さ方向の温度分布を測定する。

標準ロッドの既知の熱伝導率 k と測定した温度勾配 $(dT/dx)_i$ により、以下のように標準ロッド中の熱流束 q_i を求める。添え字 i は、1 (上部ロッド) または2 (下部ロッド) とする。

$$q_i = -k \left(\frac{dT}{dx} \right)_i \quad (1)$$

有効熱伝導率 k_{eff} は、熱流束の平均値 q_a (q_1 と q_2 の算術平均) を試料中の温度勾配 $(dT/dx)_s$ で除して求める。

$$k_{\text{eff}} = -\frac{q_a}{(dT/dx)_s} \quad (2)$$

図1 ポーラス金属の熱伝導率測定法概略

図2 熱伝導率測定試験の測定結果の例

3.3 試験片温度測定法

試料によっては、厚さが30mmの試験片が得られないほど薄く、測温穴を十分な数設けられない場合もある。このとき、厚さ t が異なる3個以上の試験片を用意し、各試験片を挟んだ試験における上部および下部の標準ロッド内の温度分布を測定する。図2に示すように、上部標準ロッド下端と下部標準ロッド上端の温度をそれぞれの温度分布を外挿して求め、

これらの差を ΔT として算出する。熱流束の平均値 q_a で ΔT を除すことにより、上部ロッド下端と下部ロッド上端間の全熱抵抗 R_t を各試験片厚さ t に対して算出する。全熱抵抗の試験片厚さによる変化の逆数として有効熱伝導率 k_{eff} を算出する。これにより、接触熱抵抗の影響を除くことができる。

$$k_{\text{eff}} = \frac{1}{(dR_t/dt)} \quad (3)$$

4. ポーラス金属の準静的圧縮試験

JIS H7902 ポーラス金属の圧縮試験⁴⁾、およびISO 13314 “Mechanical testing of metals—Ductility testing—Compression test for porous metals and cellular metals”⁶⁾において、測定原理、装置、試験片、試験方法および報告書について説明および規定がなされている。JIS H7902は、2008年に制定された後、2016年に改正された。ISO 13314は、JIS H7902とドイツ工業規格DIN 50134⁹⁾を基に作成され、2011年に制定された。これらの規格の要点は以下の通りである。

規定されている気孔率の適用範囲は、ISO 13314で50%以上であるのに対し、JIS H7902では30%以上である。日本では、高気孔率のポーラス金属 (Alporas^{TM10)}, Celmet^{TM11)} から低気孔率のロータス金属¹²⁾ まで広範囲のポーラス金属が独自の技術で開発され、工業利用されているため、JIS規格ではISO規格より広い適用範囲が規定されている。

圧縮試験は、一定のクロスヘッド移動速度により圧縮試験が可能な試験機により行う。初期の圧縮ひずみ速度は、クロスヘッド移動速度により 10^{-3}s^{-1} から 10^{-2}s^{-1} の範囲に設定する。

図3に試験片の模式図を示す。試験片は、正四角柱、角柱または円柱とする。通常のノンポーラス材と異なり、横方向へのひずみは小さいため、正方形か円形の底面の形状は、測定結果に影響を与えない。

試験片加圧面の短辺長さ W_0 または直径 D_0 は、平均気孔径 d_a の10倍以上とする。この条件を満たせば寸法により圧縮挙動に影響がないことが過去の研究から明らかになっている¹³⁾。

4.1 圧縮応力-ひずみ曲線と特徴的な点

図4にポーラス金属で典型的に見られる圧縮応力-ひずみ曲線の模式図を示した。圧縮変形の進行に伴い、圧縮挙動は変化し、その挙動は、以下の3つに分類される。

- 1) 低ひずみ領域：応力が上昇しながら圧縮変形する。
- 2) プラトー領域：ほぼ一定の応力（プラトー応力）で圧縮変形する。
- 3) 高ひずみ領域：急激な応力上昇で圧縮変形する。

プラトー応力は、ポーラス金属の圧縮変形挙動を特徴づける値である。しかしながら、プラトー領域は、理論的には明確に定義することができておらず、現状では経験則により決められている。プラトー応力は、規格において20%から30%までの圧縮ひずみ領域における圧縮応力の平均値と定義している。ISO 13314では、圧縮ひずみ領域の最大値として40%も認めている。これは、ISO規格では、気孔率の適用範囲50%以上のポーラス金属であれば、40%の高圧縮ひずみ領域でも、プラトー領域にある可能性が高いためである。

JIS規格では、緻密化開始応力を、プラトー応力の1.3倍の応力とし、このときのひずみを緻密化開始ひずみとしている。

図3 圧縮試験片、 H_0 ：試験片高さ、 W_0 ：試験片短辺、 D_0 ：試験片直径、 d_a ：平均気孔径

図4 ポーラス金属の圧縮応力-ひずみ曲線の例

る。ISOでは、緻密化開始と同様の現象をプラトー終了と表現している。

4.2 エネルギー吸収

単位体積あたりのエネルギー吸収量 W は、圧縮応力-ひずみ曲線を50%ひずみまで、または緻密化開始ひずみ（プラトー終了ひずみ e_0 ）まで積分して求めた面積としている。

$$W = \frac{1}{100} \int_0^{e_0} \sigma(e) de \quad (4)$$

また、単位体積あたりのエネルギー吸収量 W が同等のポーラス金属でも、プラトー領域での応力上昇が少ない方が、伝達する応力を低減できる優れた衝撃吸収材といえる。これを評価する値として、積分範囲における圧縮ひずみの上限値 e_0 と e_0 における応力との積でエネルギー吸収量 W を除したエネルギー吸収効率 W_e を定義した。

$$W_e = \frac{W}{\sigma_0 \times e_0} \times 10^4 \quad (5)$$

もし、圧縮応力-ひずみ曲線が長方形とみなせれば、 W_e は100%となる。

5. 高速圧縮試験

JIS H7904 ポーラス金属の高速圧縮試験⁵⁾およびISO 17340 “Metallic materials—Ductility testing—High speed compression test for porous and cellular metals”⁷⁾において、測定原理、装置、試験片、試験方法および報告書について説明および規定

がなされている。JIS H7904は、先行して制定された準静的圧縮試験のJIS H7902およびISO 13314を基に作成され、2012年に制定された。さらに、JIS H7904を基にISO 17340が作成され、2014年に制定された。したがって、高速圧縮試験における試験片、試験方法および報告書についての基本的考え方には、準静的圧縮試験と共通点が多い。気孔率の適用範囲は、準静的圧縮試験と異なり、50%以上の気孔率である。衝撃吸収材料に気孔率の高いポーラス金属が用いられることが多いためである。以下では、主に高速圧縮試験に特徴的な点を説明する。

5.1 原理および実験装置

高速圧縮試験では、0.1から100m/sの範囲で設定した試験速度で衝撃試験力がポーラス金属に負荷される。この試験速度範囲は、自動車の衝突速度を想定して定められている。プラトー応力やエネルギー吸収量などの高速圧縮変形特性を得るために、圧縮過程での圧縮試験力や変位を測定する。

高速でポーラス金属に圧縮試験力を与える装置として、これらの規格では、以下で説明する落錘試験機（図5(a)）とサーボ式高速圧縮試験機（図5(b)）の2種が規定されている。従来、論文ではスプリットホプキンソン棒法を用いた結果が報告されてきたが、以下の理由により本方法の規定を設けなかった。まず、スプリットホプキンソン棒法に用いる試験片は小さく、短辺の長さが平均気孔径の10倍に満たないことが多いことが問題となった。さらに、試験片高さが小さいために、50%より大きな圧縮ひずみを得ることが困難であることも問題となった。

(1) 落錘試験機

落錘式高速圧縮試験では、ある高さから試験片に重錘を落とすことにより圧縮試験力を負荷する。試験速度は、重錘の落下高さにより設定する。十分な落下高さが得られず、必要な試験速度が得られないときは、重錘に初期速度を与えることもできる。

試験片が所定の高さまで圧縮された後、重錘を停止させるよう基盤の上にアブソーバを設置し、重錘のロードセルへの接触を防ぐ。

(2) サーボ式圧縮試験

サーボ式高速圧縮試験では、油圧あるいは電気式高速サーボ機構により圧縮試験力を負荷する。試験速度は、サーボ制御により設定する。図5(b)に示すとおり、下部加圧ジグは、

クロスヘッドと、上部加圧ジグは試験機テーブルと接続し、クロスヘッド上昇により、試験片に圧縮試験力を与える。

圧縮試験時には、クロスヘッドと加圧ジグとの間に試験力伝達部品として破断ピンを、加圧ジグ間にストッパーを設置する。試験片を所定の高さまで圧縮した後、ストッパーによりジグの動きを止めるとともに、破断ピンを破断させて、過大な試験力によるロードセルや加圧ジグの損傷を防止する。

5.2 予備試験

落錘式試験を行う前に、50%までの圧縮ひずみでのエネルギー吸収量を見積もり、落錘式試験に必要な重錘の質量 m を算出する必要がある。予備試験には、JIS H7902またはISO 13314に準拠して、高速圧縮試験で用いる試験片と同種の試験片により静的圧縮試験を行い、単位体積あたりの圧縮ひずみ50%までのエネルギー吸収量 W_{sta} を求める。落錘式試験に必要な重錘質量 m は、 W_{sta} 、試験片初期断面積 A 、試験片初期高さ H_0 、落下高さ h 、重力加速度 g を用いて式(6)の条件を満たすように算出する。

$$m \geq \frac{4W_{sta}AH_0}{3gh} \times 10^{-3} \quad (6)$$

図6 ポーラス金属の高速圧縮試験による圧縮応力-圧縮ひずみ曲線の例とフィルタ処理後の曲線（ポーラスアルミニウム、気孔率：91.4%、試験速度：4m/s）

図5 試験機の基本構成例

5.3 サンプリング周波数および計測データのフィルタ処理

測定した試験力と変位は、10kHz以上のサンプリング周波数で記録する。試験力と変位の計測データは、周期的ノイズを含んでいる可能性がある。ノイズの発生源として、高速圧縮試験におけるロードセルや変位計の応答特性や、試験機全体の剛性や共振が挙げられる。

図6(a)には、落錘式高速圧縮試験で、ひずみゲージ式ロードセルを用いて得られた圧縮応力-ひずみ曲線の例を示す。これは、圧縮ひずみや圧縮試験力が周期的ノイズを含んでいることを示している。計測データにこのようなノイズが含まれる場合、本来の高速圧縮特性が損なわれないように、フィルタを使用してノイズを除去してもよい。

図6(a)の原波形にCFCクラス^{14), 15)}に相当する数値フィルタを施して得られた圧縮応力-ひずみ曲線を図6(b), (c)および(d)に示す。フィルタ処理に用いるCFCの周波数を低くすると、波形は滑らかになるが、本来の特性を損なう可能性がある。ここで示した圧縮応力-ひずみ曲線に対しては、CFC600程度のフィルタが推奨される。

6. おわりに

これらの規格は、産業界（素材メーカー、素材ユーザー、試験機関）、大学、公的機関の研究者・エンジニアが協力し、規格制定という1つの目標に向かって行った共同作業の成果である。

本稿で解説した規格、ポーラス金属用語（JIS H7009）、熱伝導率試験（JIS H7903）、（準静的）圧縮試験（JIS H7902, ISO 13314）、高速圧縮試験（JIS H7904, ISO 17340）の制定により、ポーラス金属の実用利用が促進されると期待できる。

謝 辞

本稿で解説した規格に関わる調査、原案作成は、経済産業

省の支援の下、大阪科学技術センター（OSTEC）により組織された標準化委員会により行われた。規格の発行は、日本規格協会により行われた。ここに、各機関ならびに委員会委員各位に謝意を表する。

参 考 文 献

- 1) J. Banhart: Prog. Mater. Sci., **46** (2001), 559–632.
- 2) 日本規格協会：ポーラス金属用語, JIS H7009 (2016).
- 3) 日本規格協会：ポーラス金属の熱伝導率測定, JIS H7903 (2008).
- 4) 日本規格協会：ポーラス金属の圧縮試験方法, JIS H7902 (2016).
- 5) 日本規格協会：ポーラス金属の高速圧縮試験方法, JIS H7904 (2012).
- 6) International Organization for Standardization: *Metallic materials—Ductility testing—Compression test for porous and cellular metals*, ISO 13314 (2011).
- 7) International Organization for Standardization: *Metallic materials—Ductility testing—High speed compression test for porous and cellular metals*, ISO 17340 (2014).
- 8) K. A. Dannemann and J. Lankford Jr.: Mater. Sci. Eng. A, **293** (2000), 157–164.
- 9) Deutsches Institut für Normung: *Prüfung von metallischen Werkstoffen—Druckversuch an metallischen zellularen Werkstoffen*, DIN 50134 (2008).
- 10) T. Miyoshi, M. Itoh, S. Akiyama and A. Kitahara: Metal Foams and Porous Metal Structures, Eds. J. Banhart, M. F. Ashby and N. A. Fleck, MIT Verlag, Bremen, (1999) 125–132.
- 11) 上条栄治, 本多正明, 橋本敏彦, 谷 克人：住友電気, **113** (1978), 118–125.
- 12) H. Nakajima: Prog. Mater. Sci., **52** (2007), 1091–1173.
- 13) E. W. Andrews, G. Gioux, P. Onck and L. J. Gibson: Int. J. Mech. Sci., **43** (2001), 701–713.
- 14) 日本規格協会：自動車—衝撃試験における計測, JIS D1050 (1998).
- 15) SAE International: Instrumentation for Impact Test, SAE J-211 (1995).