その場生成した CuAl_2 を分散させた ポーラス Al コア充填パイプ複合部材の創製*

田島 敏宣^{*1}, 半谷 禎彦^{*2}, 齋藤 雅樹^{*3}, 小山 真司^{*2}, 藤井 英俊^{*4}
孫 玉峰^{*4}, 森貞 好昭^{*4}, 桑水流 理^{*5}, 吉川 暢宏^{*6}

Fabrication of CuAl_2 *in-situ* Formation and Dispersed Porous Aluminum Core Filled in Hollow Pipe Composite Materials

Harunobu TAJIMA ^{*1}, Yoshihiko HANGAI, Masaki SAITO, Shinji KOYAMA, Hidetoshi FUJII,
Yufeng SUN, Yoshiaki MORISADA, Osamu KUWAZURU and Nobuhiro YOSHIKAWA

^{*1} Faculty of Engineering, Gunma University,
1-5-1 Tenjin-cho, Kiryu-shi, Gunma, 376-8515 Japan

Porous Al is superior in lightweight, high sound insulation and high energy absorption. In this study, copper powder dispersed porous Al core filled in hollow pipe composite materials was fabricated by friction welding and *in-situ* formation of CuAl_2 was attempted for the reinforcement of porous Al. Al hollow disc filled with blowing agent, stabilization agent and Cu powder was put into hollow pipe and the rotating tool was pressed into Al hollow disc. Frictional heat softened Al hollow disc and precursor of porous Al was fabricated because the rotating tool dispersed the powder into Al by means of plastic flow of Al. It was shown that porous Al core filled in hollow pipe composite materials with porosity of approximately 60% and *in-situ* formation of CuAl_2 was successfully fabricated at a holding temperature of 1003 K and at a holding time of 6 min 30 sec.

Key Words : Porous Material, Composite Material, Friction Welding, Intermetallic Compound

1. 緒 言

ポーラス Al は、多くの気孔を有する素材であり、軽量性、防音性、衝撃吸収性に優れ、自動車部材をはじめ、建材、航空部材など多くの分野での応用が期待されている⁽¹⁾。しかし、ポーラス Al はその特性上、引張強度や曲げ強度が低いため、利用範囲に制限がある。構造用部材などに用いる場合、機械的特性を向上させることが不可欠であり、その方法として緻密部材との複合化が挙げられる^{(2)~(4)}。

摩擦内面コーティング法⁽⁵⁾は、摩擦圧接⁽⁶⁾を利用し、円筒状の中空内面を金属でコーティングする方法である。鋳鉄で作製されたシリンダ内に改質材である Al を挿入し、高速回転したツールを押込み、摩擦熱を発生させる。この摩擦熱により Al は塑性流動してシリンダ内面と接合し、シリンダ内面に Al 層のコーティングを施すことができる。著者らは、摩擦内面コーティング法を応用したポーラス Al 複合部材（以後、ポーラス Al コア充填パイプと呼ぶ）の作製を試みている⁽⁷⁾。改質材の Al が塑性流動する際、Al 中に発泡剤粉末を混合させることで、ポーラス Al の前駆体であるブリカーサの作製、およびブリカーサとパイプの接合を同時に行うことができる。このブリカーサを加熱処理により発泡させることで、ポーラス Al コア充填パイプを作製することができる。

* 原稿受付 2013 年 1 月 17 日

^{*1} 群馬大学 工学部 (〒376-8515 群馬県桐生市天神町 1-5-1)

^{*2} 正員, 群馬大学大学院 工学研究科

^{*3} 群馬大学大学院 工学研究科

^{*4} 正員, 大阪大学 接合科学研究所 (〒567-0047 大阪府茨木市美穂ヶ丘 11-1)

^{*5} 正員, 福井大学大学院 工学研究科 (〒910-8507 福井県福井市文京 3-9-1)

^{*6} 正員, フェロー, 東京大学 生産技術研究所 (〒153-8505 東京都目黒区駒場 4-6-1)

E-mail: t09302051@gunma-u.ac.jp

近年, Hus らは Al/Cu および Al/Ti の混合粉末に対して摩擦攪拌プロセス (Friction Stir Processing, 以後 FSP と呼ぶ) を行うことにより, Cu-Al 系や Ti-Al 系金属間化合物のその場生成を試みている^{(8)~(10)}. FSP とは, 先端に突起物 (プローブ) を有するツールを高速回転させながら材料中に押し込み移動させ, 摩擦熱により軟化した部分を塑性流動させ, 攪拌させる技術である^{(11)~(13)}. FSP の攪拌および Al の塑性流動により, その場生成した金属間化合物が均一に分散したアルミニウム複合材料を作製でき, 高強度化に成功している.

本研究では, ポーラス Al の機械的特性の向上を目指し, 摩擦圧接により Al 中に発泡剤粉末を混合する際に Cu 粉末も同時に添加し, ツールの押し込み時あるいは発泡時において, CuAl_2 をその場生成させ, ポーラス Al 中に分散させたポーラス Al コア充填パイプの作製を試みた. 金属間化合物は硬く CuAl_2 粉末を最初から混合した場合, ツールの摩耗が激しくなると考えられるが, Cu 粉末を混合し CuAl_2 をその場生成できればツールの摩耗は最小限に抑えられることが期待できる.

2. 実験方法

2・1 ポーラス Al コア充填パイプの作製方法

図 1 に, 本研究で実施した摩擦圧接法の概略を示す. 供試材として図 1 (a) に示すような A1050 丸棒を機械加工により外径 13 mm, 内径 6 mm, 長さ 16.5 mm とした A1050 中空円板を用いた. またパイプ材として直径 16 mm, 長さ 30 mm, 肉厚 1 mm の機械構造用炭素鋼鋼管 (STKM13A) を使用した. 図 1 (a) に示すように, はじめに, A1050 中空円板内に発泡剤粉末 (TiH_2 , <45 μm), 気孔形態安定剤粉末 (Al_2O_3 , 約 1 μm), 銅粉末 (Cu, 約 1 μm) を入れた. 粉末の量は, A1050 中空円板の質量に対して, 発泡剤粉末を 3 mass%, 気孔形態安定剤粉末を 5.5 mass%, 銅粉末を 2 mass% とした.

次に, 図 1 (b), (c) に示すように粉末を入れた A1050 中空円板をジグで固定したパイプ内に入れ, その後, 高速回転したツールを押し当てて摩擦圧接を行った. 摩擦熱により Al が軟化し, 塑性流動により粉末が混合され Al 母材中に分散する. 粉末が分散した Al はパイプの内壁とツールの隙間を塑性流動し, パイプの内壁に接合される. 摩擦圧接には直径 11 mm の SUS304 ツールを用い, ツールの回転数を 800 rpm, ツールの送り速度を 3 mm/min, ツールの押込量は A1050 中空円板の上面から 14.5 mm とした.

最後に, 図 1 (d) に示すように摩擦圧接で得られたプリカーサをあらかじめ 1003 K に保温した電気炉に入れ, 発泡させた. 温度を保ったまま 6 分 30 秒保持し, 電気炉から取り出し空冷し, 図 1 (e) のようなポーラス Al コア充填パイプを作製した.

Fig.1 Schematic illustration of the fabrication process of porous aluminum core filled in hollow pipe composite materials by friction welding.

2・2 金属間化合物の分析方法

ポーラス Al 部に CuAl_2 などの金属間化合物が生成されているかどうか調べるため、X 線回折 (X-ray diffraction, 以後、XRD と呼ぶ) 測定を行った。作製したポーラス Al コア充填パイプを中心で切断し、その断面をエメリー紙により 2400 番まで研磨した後、粒径 $1\text{ }\mu\text{m}$ のアルミナでバフ研磨を行い、表面を仕上げた。その断面に対して XRD 測定を行い、走査軸を 2θ 、発散スリットおよび散乱スリットを 1° 、固定角を 5° とした。

また Cu 粉末の分散状況を調べるため、ポーラス Al コア充填パイプに対し、電子線マイクロアナライザ (electron probe micro analyzer, 以後、EPMA と呼ぶ) によるマッピング分析を行った。なお、分析はセル壁を対象とし、気孔が映らないようにした。

3. 実験結果

3・1 ポーラス Al コア充填パイプ

図 2 に得られたポーラス Al コア充填パイプの断面写真を示す。パイプ内にポーラス Al がしっかりと充填し、ポーラス Al 部の気孔率約 60 % のポーラス Al コア充填パイプが得られた。気孔が若干粗大化しているところがあるが、これは銅粉末を加えたことにより、攪拌と発泡がしにくくなり、発泡剤粉末を多く加えたために、Al 中に分散しきれず固まって存在したために生じたと考えられる。また、図 2 の黒い丸で囲まれた部分は発泡せずに粉末が固まって存在している部分である。塑性流動部のよどみ点に比重の大きい Cu 粉末が集まりやすいことが知られており⁽¹⁴⁾、本実験ではツールの中心付近がよどみ点であり、摩擦熱とツールの押込みにより Cu 粉末が多く集まり、発泡が阻害されたためと考えられる。

3・2 金属間化合物分析結果

図 3 にポーラス Al コア充填パイプの X 線回折図を示す。作製したポーラス Al コア充填パイプには、 CuAl_2 、 CuAl などのピークが観測され、Cu-Al 系の金属間化合物が生成されているのが分かる。このほかにも、Fe-Al 系や Ti-Al 系などの金属間化合物も確認された。Fe-Al 系の金属間化合物は、過去の研究からポーラス Al と緻密鋼材による複合部材の接合部に数十 μm 程度の Fe-Al 系金属間化合物層が生成されることが分かっており⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾、本実験でもポーラス Al とパイプの接合部に生成されたと考えられる。Ti-Al 系の金属間化合物は、発泡剤粉末に含まれる Ti により生成したと考えられる。一方、プリカーサに対する XRD 測定を行ったが Cu-Al 系の金属間化合物のピークが観測されなかったことから、Cu-Al 系金属間化合物は摩擦圧接時にほとんど生成されず、発泡による加熱で生成されたと考えられる。

Fig.2 Cross section of obtained porous aluminum core filled in hollow pipe composite materials.

Fig.3 X-ray diffraction pattern of porous aluminum core filled in hollow pipe composite materials.

Fig.4 EPMA mapping images of Al, Cu and Fe on the cross section of porous aluminum core filled in hollow pipe composite materials.

図4にポーラス Al コア充填パイプの EPMA によるマッピング分析結果を示す。どの個所に対しても Cu と Fe が検出された。図中の赤い丸の部分を始め多くの個所に Al と Cu が分布していることから、このような個所に Cu-Al 系金属間化合物が生成されていると考えられる。Cu-Al 系金属間化合物が生成され、ポーラス Al 中に分散したことで、ポーラス Al の機械的特性の向上が見込まれる。また、ポーラス Al の内部で Fe が検出された理由は、摩擦圧接時にパイプ内面が削られ、Al 中に分散したと考えられる。

4. 結 語

本研究では、摩擦圧接を用いて、 CuAl_2 をその場生成し分散させたポーラス Al コア充填パイプ複合部材の創製を試みた。Cu 粉末を加えても約 60 %のポーラス Al コア充填パイプ複合部材が得られた。またポーラス Al を作製すると同時に CuAl_2 など Cu-Al 系金属間化合物が生成され、ポーラス Al 中に分散していた。すなわち、摩擦圧接の利用により Cu-Al 系金属間化合物を分散させ、機械的特性を向上させたポーラス Al コア充填パイプ複合部材が作製できることが示唆された。

謝 辞

本研究の遂行に当たり、群馬大学大学院工学研究科博士前期課程萩原尚基氏には XRD 測定に関して有益なご助言をいただきました。本研究の一部は、大阪大学接合科学研究所「接合科学共同利用・共同研究拠点」共同研究員制度の一環として行われました。また、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の助成のもと行われました。ここに厚く感謝いたします。

文 献

- (1) Banhart, J., "Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams", *Progress in Materials Science*, Vol. 46, No. 6 (2001), pp. 559-632.
- (2) Banhart, J., "Aluminium foams for lighter vehicles", *International Journal Vehicle Design*, Vol. 37, No. 2 (2005), pp. 114-125.

- (3) Hanssen, A. G., Hopperstad, O. S., and Langseth, M. “Bending of square aluminium extrusions with aluminium foam filler”, *Acta Mechanica*, Vol. 142 (2000), pp. 13-31.
- (4) 三好鉄二, 濱田猛, 金橋秀豪, “衝突安全性に優れたポーラスアルミニウム複合部材”, *R&D 神戸製鋼技報*, Vol. 57, No. 2 (2007), pp. 95-100.
- (5) 篠田剛, “摩擦攪拌接合および摩擦圧接の鋳造品への適用”, *鋳造工学*, Vol. 83, No. 12 (2011), pp. 695-701.
- (6) 摩擦圧接協会編, *摩擦接合技術*, (2006), 日刊工業新聞社.
- (7) 齋藤雅樹, 半谷禎彦, 桑水流理, 吉川暢宏, “摩擦熱を利用したポーラスアルミニウムコア中空パイプの作製とその圧縮特性”, 平成 24 年度塑性加工春季講演会講演論文集, (2012), pp. 369-370.
- (8) Hsu C. J., Kao P. W. and Ho N. J., “Ultrafine-grained Al-Al₂Cu composite produced in situ by friction stir processing”, *Scripta Materialia*, Vol.53, No.3 (2005), pp. 341-345.
- (9) Hsu C. J., Chang C. Y., Kao P. W., Ho N. J. and Chang C. P., “Al-Al₃Ti nanocomposites produced in situ by friction stir processing”, *Acta Materialia*, Vol. 54, No. 19 (2006), pp. 5241-5249.
- (10) Hsu C. J., Kao P. W. and Ho N. J., “Intermetallic-reinforced aluminum matrix composites produced in situ by friction stir processing”, *Materials Letters*, Vol. 61, No. 6 (2007), pp. 1315-1318.
- (11) Mishra R. S. and Ma Z. Y., “Friction stir welding and processing”, *Materials Science and Engineering: R: Reports*, Vol. 50, No. 1-2 (2005), pp. 1-78.
- (12) 斎藤尚文, 重松一典, “摩擦攪拌プロセス—金属材料の新しい組織制御技術”, *軽金属*, Vol. 57, No. 11 (2007), pp. 492-498.
- (13) Ma Z. Y., “Friction stir processing technology: A review”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol.39, No.3 (2008), pp. 642-658.
- (14) Chou, J., 中山総一郎, 平野正和, “A1050 アルミニウム板の摩擦攪拌プロセスによる銅粉末の影響”, 久留米工業高等専門学校紀要, Vol. 27, No. 1 (2011), pp. 9-13.
- (15) Hangai, Y., Koyama, S., Hasegawa, M., and Utsunomiya, T., “Fabrication of aluminum foam / dense steel composite by friction stir welding”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 41, No. 9 (2010), pp. 2184-2186.
- (16) Hangai, Y., Ishii, N., Koyama, S., Utsunomiya, T., Kuwazuru, O., and Yoshikawa, N., “Fabrication and tensile tests of aluminum foam sandwich with dense steel face sheets by friction stir processing route”, *Materials Transaction*, Vol. 53, No. 4 (2012), pp. 584-587.