

# 粉末冶金法で作製したポーラスマグネシウム

日大生産工(学部) 萩野 敏基 日大生産工 久保田 正広

## 1. 緒言

環境保全に対する関心が高まる中、自動車等の輸送機器の分野においては燃費向上および排出ガス中の  $\text{CO}_2$  量低減のための車輻重量の低減化が進んでいる。また、軽量化と同時に乗員の安全性向上のために車体の剛性及び衝突時の衝撃エネルギー吸収性能の向上も求められている。このような軽量化と高剛性を同時に達成可能な材料としてポーラス材料が注目を集めている。ポーラス材料は内部に多数の気孔を有する材料であり、気孔とそれらを隔てているセル壁から構成されている。ポーラス材料は内部に多数の気孔を含有するという特殊な構造を有しているため、以下に示すような緻密化された材料では実現が難しいユニークな特徴を示す<sup>1)</sup>。

- ・非常に軽量である
- ・同一重量・同一素材の緻密な材料と比較して曲げやねじれ剛性が高い
- ・衝撃エネルギー吸収性に優れる (Fig.1)
- ・低熱伝導率である
- ・振動(音)吸収特性に優れる
- ・気孔がオープン構造の場合、ガス透過性を有する

現在の金属系ポーラス材料ではアルミニウムでの技術が進んでおり様々な製造手法があり、その中の一つに発泡助剤粉末(水素化チタン:  $\text{TiH}_2$ )を用いた粉末冶金法がある。この方法では原料粉末と  $\text{TiH}_2$  粉末を適量混合した後、冷間圧縮、熱間圧縮または押出しなどにより混合粉末の固化成形体(プリカーサ)を作製し、これを加熱する。プリカーサの加熱過程において

約 673K から  $\text{TiH}_2$  の分解反応により水素ガスが発生し、これによって気孔が生成される。溶融体に直接  $\text{TiH}_2$  粉末を添加して発泡させる液相法と比較して粉末冶金法はプリカーサの固化成形が必要であるため、若干プロセスが煩雑となるが原料粉末中に発泡助剤を均一に分散させることが容易であり中空型材プリカーサを充填した後、加熱して発泡を促すことにより中空型材とポーラス材料の一体成形体の製造が可能であるといった利点も有する。このようなポーラス材料の物理的・力学的特性は気孔形状の影響を強く受けるため、その解析および制御プロセス開発は、この材料の実用化にとって重要な課題である。そして、粉末冶金法においてはプリカーサの状態(原料粉末の組成、発泡助剤の混合量、粉末の固化状態など)および加熱プロセス(加熱保持時間、昇温速度、加熱保

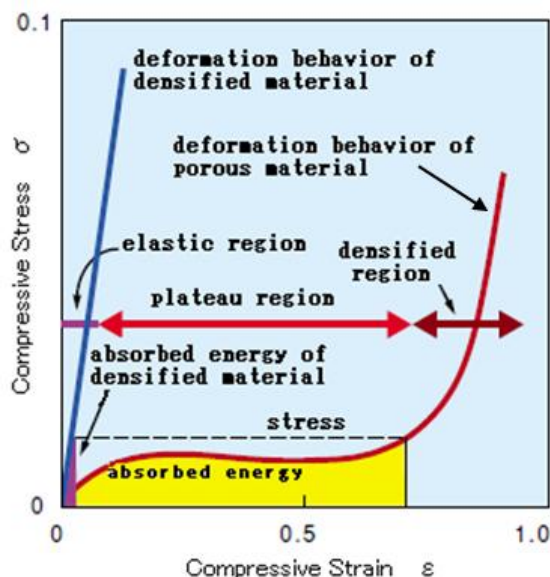


Fig.1 Deformation behavior at the time of compression in the porous material.

持時間，雰囲気など)は発泡後の気孔形状および気孔率に影響を及ぼす因子である<sup>1)</sup>。

今回原料粉末として使用したマグネシウムの代表的な性質として，実用金属中最も低い密度，振動吸収性，電磁波遮断性，寸法安定性などがあげられる．資源的には地球上の金属で8番目に豊富である．これらの特性を活かし，更にポーラス化することで得られる構造的性質を組み合わせることでポーラスマグネシウムは多機能材料としての可能性を持つと考えられる<sup>2)</sup>。

ポーラスマグネシウムの作製ではマグネシウム合金の切削チップや板材をポーラス化させるという研究はあったが，本研究では純マグネシウム粉末と  $\text{TiH}_2$  粉末を用いた，粉末冶金法でポーラスマグネシウムを作製することを試みた．さらに発泡に必要な加熱には放電プラズマ焼結(Spark Plasma Sintering:SPS)法を用いることで温度制御(昇温速度，保持温度)が容易に行えるとともに雰囲気を真空または大気を選択することも可能である．また必要に応じて加熱と加圧を同時に行うこともできる．

## 2. 実験方法

### 2.1 冷間圧粉体の作製

本研究では純度 99.9%，粒径 150~212  $\mu\text{m}$  のマグネシウム粉末を用いた．また発泡助剤は粒度が目開き 150  $\mu\text{m}$  篩網通過の  $\text{TiH}_2$  粉末を用いた．Table 1 に  $\text{TiH}_2$  粉末の化学分析組成を示す．これは JIS1 種相当のチタン粉末に 4mass%の水素を含ませたものである．Fig.2 に粉体からポーラス材料の作製行程を示す．先ず  $\text{TiH}_2$  粉末はマグネシウム粉末に対して 1mass%および 5mass%となるように秤量し

Table 1 Chemical composition, melting point and density of  $\text{TiH}_2$ .

Material <sup>a)</sup>	Analyzed Composition (mass%) <sup>a)</sup>	M.T. <sup>a)</sup> (K) <sup>a)</sup>	Density <sup>a)</sup> (g/cm <sup>3</sup> ) <sup>a)</sup>
$\text{TiH}_2$ <sup>a)</sup>	Fe:0.02% Si:0.01% Mn:0.01% Mg:0.001% Cl:0.002% N:0.01% O:0.12% <sup>b)</sup>	1973 <sup>a)</sup>	3.8 <sup>a)</sup>

た後，金属容器を用いて混合した．混合した粉末はアムスラー型万能試験機を用いて冷間固化して圧粉体を作製した．冷間圧粉では 270MPa，保持時間 60s にて直径 34mm，高さ 12mm のプリカーサを作製した．

### 2.2 SPS 法による加熱発泡

Fig.3 に示す SPS 装置内にプリカーサを設置し，真空雰囲気中で発泡を促した．加熱条件は昇温速度  $0.94\text{K}\cdot\text{s}^{-1} \sim 1.04\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ ，加熱保持温度 673K~873K，加熱保持時間 0s~1.8ks とした．

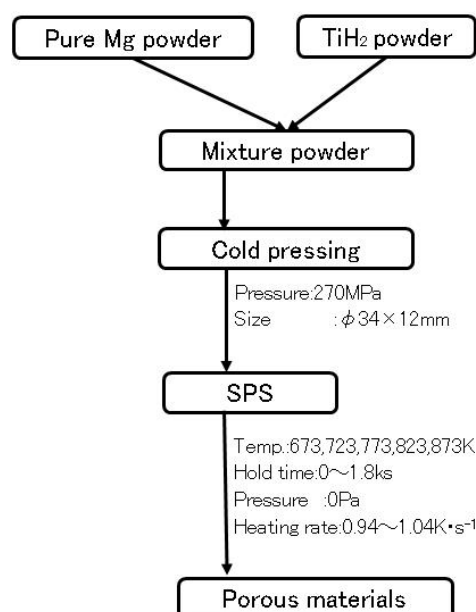


Fig2 Process chart for producing porous materials.

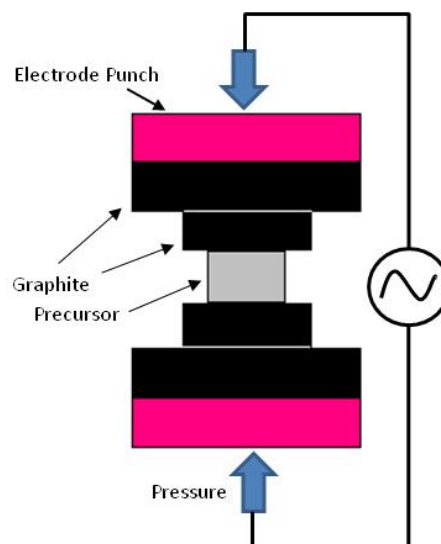


Fig3 Schematic illustration of the sps experimental setup.

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 Mg-1mass%TiH<sub>2</sub>の保持温度変化の影響

Fig.4 に Mg-1mass%TiH<sub>2</sub> 粉末を冷間圧縮で成形したプリカーサの加熱後の表面写真を示す。Fig.4(a) , (b) , (c) から明らかなように 673K から 773K まで加熱後もまったく発泡せず、最大の保持時間 1.8ks でも発泡は認められなかった。また、Fig.4(d) に示した保持温度 823K では SPS 処理中に真空度の低下が確認でき、これは処理中にガスが放出していることを示唆している。しかし、ガスがプリカーサを膨らますのではなく周りから崩れてプリカーサは消失してしまった。この時の保持時間は 1.08ks であった。Fig.4(e) に示した、保持温度 873K でも 823K と同様の挙動を示し、保持時間 840s で加熱を停止した。

#### 3.2 Mg-5mass%TiH<sub>2</sub>の保持温度変化の影響

Fig.5 に Mg-5mass%TiH<sub>2</sub> 粉末を冷間圧縮で成形したプリカーサの加熱後の表面写真を示す。TiH<sub>2</sub> の量を増やしても Fig.5(a) から明らかなように保持温度 673K では保持時間を 1.8ks にしても発泡しないことが認められた。Fig.5(b) が示すように保持温度 723K ではプリカーサの周りが多少崩れはしたがプリカーサ内部に気孔が存在することが確認できた。この時の保持時間は 900s であった。Fig.5(c) に示した保持温度 773K で加熱したプリカーサの外観では Fig.4(d) , (e) と同様にガスが発生していることが確認できたが膨らまず、周りから崩れ気孔がプリカーサ内部に生成されることはなかった。Fig.5(d) に示した保持温度 823K でも TiH<sub>2</sub> が分解し、ガスが十分に発生しており、プリカーサの周りが多少崩れてきたため保持時間 1.26ks で加熱を停止した。この場合、Fig.5(b) よりプリカーサの崩れが激しく消失部分も多くなったがプリカーサ内部に気孔を発生させることが出来た。最後に、Fig.5(e) に示した保持温度 873K で加熱した場合、Fig.4(d) , (e) , Fig.5(c) とほぼ同様の挙動を示し、気孔が

存在することなくプリカーサは崩れてしまった。

これらの結果より加熱温度は高い方が TiH<sub>2</sub> の分解反応が促進されると考えられる。また、プリカーサをより緻密に作製することが気孔を有するポーラス材料の作製の重要な条件であると考えられる。他にも TiH<sub>2</sub> 粉末を均一に分散することが均一な発泡とプリカーサの崩れを防ぐと考えられる。さらにプリカーサが円柱であるためにガス圧が等方的にかかり、力が分散されるために十分な発泡を促せなかったのではないかと考えられる。

### 4. 結言

TiH<sub>2</sub> 粉末の添加量が 1mass% の場合、加熱温度 773K までは発泡は認められなかった。それよりも高い温度になるとプリカーサの周りから崩れて消失してしまった。

TiH<sub>2</sub> 粉末の添加量が 5mass% の場合、加熱温度 723K からプリカーサの形状に変化を与える水素ガスを放出した。温度上昇と発泡形状に規則性はなく、ある温度では発泡し、ある温度ではプリカーサの周りから崩れて消失してしまった。

#### 追記

本研究は、久保田研究室 4 年生、石井亨紀君と共同で実験を行った研究成果である。

#### 謝辞

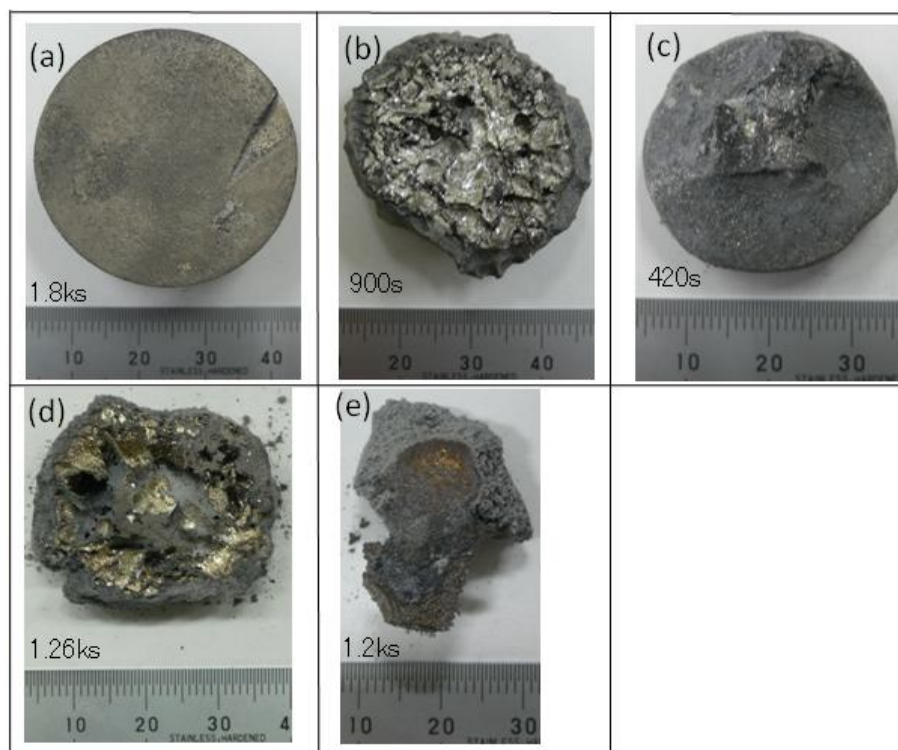
今回、発泡助剤として使用した TiH<sub>2</sub> 粉末は東邦チタニウム株式会社様より提供頂きました。ここに謝意を表します。

#### 参考文献

- 1) 小橋眞，棚橋伸也，金武直幸：軽金属，第 53 巻，第 10 号(2003)，427-432
- 2) 大山秀司，北園幸一：軽金属学会第 114 回春期大会講演概要(2008)，387-388



**Fig4** Surfaces of Mg-1 mass%TiH<sub>2</sub> fabricated from cold compacted precursors with different holding temperatures (a)673K,(b)723K,(c)773K,(d)823K and (e)873K



**Fig5** Surfaces of Mg-5 mass%TiH<sub>2</sub> fabricated from cold compacted precursors with different holding temperatures (a)673K,(b)723K,(c)773K,(d)823K and (e)873K