蓄光を示すアルミニウム基クラッド材料の作製

日大生産工(院) 〇池谷 洵 日大生産工 久保田 正広

日大生産工 内田 暁

近年,アルミナなどの硬質なセラミックスを アルミニウムなどの軽金属と複合化した軽金属 基複合材料が注目されている¹⁾.軽金属基複合 材料は,添加されたセラミックスの種類や分散 量によって,優れた機械的特性を示す.さらに 最近では,機械的特性だけでなく機能性を兼備 した軽金属が強く求められている.特に,太陽 光や蛍光灯などのエネルギー(紫外線)を吸収し て暗闇で自発的に発光する蓄光²⁾材料が添加さ れた複合材料が注目されており,これまでに粉 末冶金法³⁾⁻⁶⁾または加圧含浸法⁷⁾による報告が なされている.

金属とセラミックスである蓄光材料を固相状 態で複合化する方法として、機械的に混合する プロセスが適用されている.その中でも、メカ ニカルミリング(Mechanical Milling: MM)は、 単一元素を機械的エネルギーにより粉砕混合す るプロセスであり、メカニカルアロイング (Mechanical Alloying: MA)は固相状態のまま 2 種類以上の粉末を粉砕混合し、合金化するプ ロセスである.MM 処理に最も広く用いられて いるボールミルは、粉末と硬質ボールを容器に 充填し、ボールを高速で運動させることにより、 ボールからの衝撃による加工硬化、ボールによ る粉末の粉砕に伴う結晶粒の微細化が達成でき る.固相状態で複合化するため、平衡状態図に 依存しない合金設計が可能である.

作製した粉末は、放電プラズマ焼結(Spark Plasma Sintering: SPS)装置によって固化成形

した. SPS は、粉末間に放電現象を発生させて、 粉末表面の酸化膜などの破壊とジュール熱によ って粒子間結合をおこなう方法である. 従来の ホットプレスと比べて、短時間で固化成形がで きるため、微細な結晶粒組織や分散粒子を粗大 化させることなく、MM 粉末をバルク材に成形 することができる.

当研究室では、これまでに純アルミニウムに 蓄光材料を添加することで蓄光特性を付与させ たアルミニウム基複合材料に関する研究を報告 してきた 3-6).

しかし、蓄光材料をマトリックス中に均一に 分散させた材料では、添加量の違いや焼結条件 によって、高強度と高機能性が兼備できなかっ た.そこで蓄光材料を均一に分散させる手法で なく、作製条件の異なる粉末を組み合わせたク ラッド材に着目した.

本研究では、MM 処理を施した純アルミニウム粉末と蓄光粉末を混合し、混合粉末を作製した.作製した粉末とMM 処理を施さない純アルミニウム、または蓄光粉末の添加量の異なる混合粉末の2種類を用いて、SPS装置によってクラッド材を作製した.得られたクラッド材のMM 処理時間およびLG 添加量が、機械的特性および蓄光特性に及ぼす影響を調べた.

2. 実験方法

Table 1 に供試材を作製するための組成およ びクラッド材にするための材料の組み合わせ, ならびに材料記号を示す.出発原料として用い た純アルミニウム粉末は,純度 99.9 %および

Fabrication and Properties of Aluminum Based Clad Phosphorescence Composite Material Makoto IKENOYA, Masahiro KUBOTA and Akira UCHIDA

1. 緒言

	(I)	(II)
(a)	MM0h Al-50LG	Pure Al
(b)	MM2h Al-50LG	Pure Al
(c)	MM4h Al-50LG	Pure Al
(d)	MM4h Al-30LG	MM4h Al-10LG
(e)	MM4h Al-50LG	MM4h Al-30LG
(f)	MM4h Al-10LG	MM4h Al-50LG

Table 1 Test materials and designation



Fig. 1 Jig to separate (1) Graphite die with Jig and (2) Vickers hardness point and Luminance area.

平均粒子径 25 μ m, そして添加した LG は SrAl₂O₄ を主成分とするセラミックスで平均粒 子径は 60 μ m を用いた.純アルミニウム粉末 に対して複合化する LG 粉末の添加量は、体積 分率で 10, 30 および 50 %とした.

MM 処理はボールミルの容器を上下左右に 振動させることができる振動型ボールミルを用 いた.内径51 mm×高さ64 mmの工具鋼製容 器に,直径6 mmの工具鋼製ボールを70 個(約 70 g)と焼付き防止剤としてステアリン酸 (CH₃(CH₂)₁₆COOH)を0.25 gを装入した.また アルゴンガスで容器内を満たしてから粉末の封 入と取り出しを行った.MM 処理は2hおよび 4 hとした.作製した MM 粉末と蓄光粉末を, ボールミルを用いて0.5 h 混合処理を施し,混 合粉末を作製した.

作製した混合粉末を SPS 装置で固化成形し, クラッド材を作製した.成形には黒鉛ダイ(内径 20 mm,高さ 40 mm)と黒鉛パンチを用いた. クラッド材を作製するために使用した治具と黒 鉛ダイの平面図と正面図を Fig.1 (1)に示す.黒 鉛ダイの軸心に対して平行に治具を差し込み, Table 1 に示した粉末の組み合わせ、(I)および (Ⅱ)を充填する. 各クラッド材に対して MM 粉 末の総量は7gとし,黒鉛ダイに充填した.SPS チャンバー内を真空状態に保ちながら15.4 kN の圧力をかけ、焼結温度を873K一定とし、保 持時間を15 min としてクラッド材を作製した. クラッド材の硬さは表面をエメリー紙で研磨後, アルミナを用いてバフ研磨し、マイクロビッカ ース硬さ試験機で評価した. 測定条件は試験荷 重を10g,保持時間15sとした.硬さの測定 箇所を Fig.1 (2)に示す. クラッド材の境界を中 心として,水平方向に1mm,垂直方向に2mm の面積に 45 ポイントとした. ポイントの間隔 は 0.25 mm とした. クラッド材の組織観察は 光学顕微鏡で観察した. クラッド材の蓄光特性 を調べるために輝度8,9を測定した.光源には、 波長の異なるブラックライト(東芝ライテック 製ネオボール5ブラックライト15W)とD65を 使用した. 光源がブラックライトの場合, ブラ ックライトからクラッド材を50 cm離し,輝度 計をクラッド材から1m離して測定した.一方, 太陽光に近い光を放出する D65 を光源に使用し た場合、クラッド材の受ける光が200ルクスと なるように光源を配置した. 輝度計は測定範囲 $0.01 \sim 49900 \text{ cd/m}^2$ のコニカミノルタ製 (CS-100A)を用いた. 測定は暗室で行いクラッ ド材の輝度が輝度計で0.00を示した後、ブラッ クライトまたは D65 を 10 min 照射し, 照射終 了直後ただちに計測した.計測箇所を Fig.1 (2) に示す.各クラッド材につき、3箇所測定した. 輝度計の測定範囲は直径 4.8 mm である. 作製 したクラッド材は直径 20 mm なので Fig.1 (2) に示すように測定中心をクラッド材の端から 5, 10 および 15 mm とした.

3. 実験結果および考察

MM 処理した Al-50LG 粉末と MM 処理を行っ ていない純アルミニウム粉末から作製したクラ ッド材の硬さを Fig. 2 に示す. (a)の(1) 側では 硬さが 70 HV を示し, LG を添加していない純ア



Fig. 2 Change in the Vickers microhardness for the Clad materials fabricated from Mixing Al-50LG powders and Pure Al at 873 K.



Fig. 3 Change in the Vickers microhardness for the Clad materials fabricated from Mixing Al-X LG powders (X=10, 30, 50 vol.%) at 873 K.

ルミニウムより高い値を示した.また,(b),(c) の(I)側の境界まで硬さが120 HV を示した.こ れは MM 処理によってひずみが導入され硬さが 増加したと考えられる.また,LG を添加した(I) 側から(II)側の純アルミニウムに近づくにつれ硬 さが徐々に低下する傾向がみられた.これは焼結 中の拡散により(I)側と(II)側が混ざり合ったた めと考えられる.

MM 処理4hのクラッド材の硬さをFig.3に示 す.(d),(e)および(f)の硬さは純アルミニウムよ り高い値を示した.一方,(e)および(f)のAl-50LG はFig.2に示す(c)のAl-50LGより硬さの値が25 HV 程度低下している.また,(d)および(f)の Al-10LGの硬さが150 HVを示し,Al-30LGお よびAl-50LGよりも高い値を示した.

MM処理4hのクラッド材にブラックライトを



Fig. 4 Change in the luminance(black light) for the Clad materials fabricated from MMed 4h Al-X LG powders (X=10, 30, 50 vol.%).



Fig. 5 Change in the luminance(D_{65}) for the Clad materials fabricated from MMed 4h Al-X LG powders (X=10, 30, 50 vol.%).

照射後の輝度を Fig. 4 に示す. クラッド材の中心 の輝度は,(I)と(II)の輝度の平均より高い値を 示した.これはクラッド材が光を放出する際,光 はドーム状に拡散しながら,輝度計に到達する. その間に光が重なることで,クラッド材の中心は (I)と(II)の輝度の平均より高い値を示している と考えられる.輝度は Al-50LG において 0.18 cd/m²を示した.これは 50 vol% LG の輝度の理 論値 0.70 cd/m²に対して 30 %程度である.

MM 処理 4 h のクラッド材に D_{65} を照射後の輝 度を Fig. 5 に示す. 輝度の傾向は Fig. 4 で示した ブラックライトと大きな違いは認められなかっ た.しかし, Al-50LG の輝度はブラックライトの 0.18 cd/m² よりも低い 0.13 cd/m² である.これは, LG の励起する波長(290 ~ 350 nm)が, ブラッ クライトの波長(350 ~ 370 nm)に近いのに対



Fig. 6 Optical micrographs of the Clad materials fabricated from MM 4 h powder at 873 K, (d)Al-30LG / Al-10LG, (e)Al-50LG / Al-30LG, (f)Al-10LG / Al-50LG and (g)Pure Al.

して、 D_{65} の波長(420 ~ 550 nm) は長いためで ある.このため、LG の励起に必要なエネルギー を D_{65} では十分に得ることができなかったと考え られる.

Fig. 6に MM 処理 4 h の粉末から作製したク ラッド材の組織を光学顕微鏡で観察した結果を 示す.濃い灰色の部分が添加した LG に対応して おり,白い部分がマトリックスに対応している. 各クラッド材はLG が均一に分散した組織を呈し たが,特に Al-50LG では、どの条件でも大きな ボイドが表れた.このボイドは LG 添加量が増す ほど多く確認された.そして、これらのボイドに 相当する黒い部分はLG を含まない純アルミニウ ム Fig. 6(g)では認められなかった.つまり、ボイ ドは LG が原因で出来てしまうと考えられる.ま た、(e)に比べ(f)は Al-50LG 側のボイドが少なく なっている.

4. 結言

MM-SPS プロセスによりアルミニウム基蓄光 材料をクラッド化させ,機械的性質および輝度を 調べ,以下の知見を得た.

- 作製したクラッド材(a), (b)および(c)におい てアルミニウム基蓄光クラッド材を作製す ることができた.
- 2. クラッド材(e)および (f)の Al-50LG は(c)の

Al-50LG より硬さが 25 HV 程度低い値を示 した.

3. クラッド材の中心での輝度は、(I)と(Ⅱ)の 輝度の平均より 1.2 倍程度高い値を示した.

追記

本研究は久保田研究室卒研生,熊谷勇祐君と共同で行った結果である.

参考文献

- 西田義則,金属基複合材料入門,コロナ社, (2001),4-9.
- 2) 照明学会編,照明ハンドブック コンパクト 版,(2006),374.
- 3) 渡辺唯,久保田正広,内田暁,メカニカルア ロイング法によるアルミニウム基蓄光材料 の特性,日本大学生産工学部43回学術講演 会概要(2010), p.121-124.
- 2) 渡辺唯,久保田正広,内田暁,MM-SPS プ ロセスで作製した着色型蓄光粉末分散アル ミニウムの特性,日本大学生産工学部44回 学術講演会概要(2011), p.53-56.
- 渡辺唯,久保田正広,粉末冶金法で複合化したアルミニウム基蓄光材料の作製,軽金属学会,第119回秋期大会講演概要(2010), 349-350.
- (6) 渡辺唯,久保田正広,アルミニウム基蓄光材
 料の作製とその特性,軽金属学会,第120
 回春期大会講演概要(2011),143-144.
- 池野進,松田健二,発光顔料/アルミニウム 基複合材料およびその製造方法,日本国特許 庁,特開 2006-225754.
- 社団法人照明学会編,大学課程 照明工学 (新版),オーム社, (1997), p.6.
- 大澤善次郎,ケミルミネッセンス,丸善株式 会社(2004), p.22.