

半熔融状態で作製した A2024 プリカーサの発泡挙動の透過 X 線 *in-situ* 観察

In-situ observation of foaming behavior of A2024 precursor fabricated in semi-solid state by X-ray radioscopy

早稲田大学 基理 ○(院) 齊藤瑞樹, 鈴木進補

Technische Universität Berlin Paul H. Kamm, Francisco García-Moreno, John Banhart

Mizuki SAITO, Graduate student, Waseda Univ.

Shinsuke SUZUKI, Waseda Univ.

Paul H. Kamm, Francisco García-Moreno, John Banhart, Technische Universität Berlin

1. 緒言

超軽量かつ高いエネルギー吸収特性を有する発泡 Al は、航空機や自動車等輸送機器の軽量衝撃吸収材料としての応用が期待されている。しかしながら、実用化のためには強度向上が求められる。本研究グループでは高強度化のため、超ジュラルミン A2024 合金を用いた高強度発泡 Al 合金の作製法を検討している。発泡 Al 合金の作製方法として、生産性に優れた溶湯発泡法がある。溶湯発泡法では、気孔安定保持のために溶湯の粘性増加(増粘)が必須であり、従来、増粘材として Ca や Mg 等を用いた増粘が行われている¹⁾。しかしながら、増粘材を使用するため、母材金属の合金組成が変化し、母材金属本来の特性を得られないことが懸念される。そのため、本グループでは、半熔融状態において存在する初晶粒子の増粘効果に着目し、増粘材を用いることなく発泡 A2024 合金の作製が可能であることを明らかにした²⁾。しかしながら、初晶粒子が発泡挙動、特に気孔成長過程及び気孔安定性に及ぼす影響については明らかでない。

発泡挙動の評価方法として、X 線透過法による発泡過程の *in-situ* 観察が報告されている³⁾。X 線透過法は、作製したプリカーサ(発泡前駆体)を発泡させた際に、透過 X 線をプリカーサに照射して、発泡挙動を *in-situ* 観察する方法である。門井らは、発泡剤を分散させた後、強制的に急冷し作製したプリカーサを加熱し、X 線透過法にて溶湯発泡法における発泡挙動の *in-situ* 観察が可能であることを明らかにした⁴⁾。

本研究では、半熔融状態で存在する初晶粒子が発泡挙動に及ぼす影響を *in-situ* 観察で明らかにすることを目的とした。そのために、半熔融状態で発泡剤を分散させた後、水冷凝固し作製した A2024 プリカーサを加熱して、透過 X 線にて発泡挙動を *in-situ* 観察した。

2. 実験方法

半熔融状態を用いた A2024 プリカーサの作製

A2024 合金 100 g を Al₂O₃ でコーティングした SUS304 製のつぼに入れ、電気炉を用いて固相率 $F_s = 20\%$ ⁵⁾となる 635 °C に加熱、保持した。溶湯温度が安定した後、発泡剤 TiH₂ を 1 mass%

添加し、BN コーティングを施した SUS304 製インペラにより、攪拌速度 900 rpm で 100 s の攪拌を行った。攪拌終了後、TiH₂ の熱分解を抑制するため、直ちに溶湯を炉内よりつぼごと取出し水冷凝固させた。その後、機械加工により 5×10×10 mm³ に切出し、A2024 プリカーサを作製した。

発泡挙動の *in-situ* 観察

Fig.1 に発泡挙動の *in-situ* 観察に用いた X 線透過装置の概略を示す。装置は X 線源、加熱炉、検出器から構成される。加熱炉内の加熱板上に設置したプリカーサを、加熱板により加熱(昇温速度 2.5 Ks⁻¹, 加熱板温度 $T = 650, 670$ °C)し、発泡させた。気孔成長の過程を観察するため、加熱板温度 T が 650 または 670 °C に到達した後、900 s 間等温保持した。加熱開始から等温保持終了までの間、X 線源から X 線(100 kV, 100 μA, スポットサイズ 7 μm)を照射し、検出器により 2 s 間隔で X 線透過像を取得した。取得した X 線透過像を用いて気孔成長挙動を観察するとともに、式(1)により相対投影面積 A/A_0 を求めて発泡挙動を評価した。ここで、 A : 発泡中の試料投影面積、 A_0 : 発泡前試料投影面積、 A_P : プリカーサ投影面積、 ρ_0 : 発泡前試料密度(A2024 合金密度)、 ρ_P : プリカーサ密度である。また、発泡時の試料の相を推定するために、プリカーサと発泡後試料の組織観察及び交線法⁶⁾によるデンドライトアームスペーシング(DAS)測定を行った。

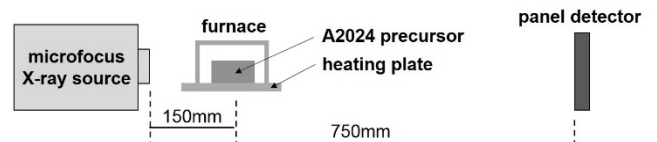


Fig.1 Equipment of x-ray radioscopy

$$\frac{A}{A_0} = \left(\frac{\rho_P}{\rho_0}\right)^{1.5} \times \frac{A}{A_P} \quad (1)$$

3. 実験結果と考察

Fig.2 にプリカーサ及び発泡後試料のセル壁組織写真及び DAS 測定結果を示す。半熔融状態で作製したプリカーサは球状

の初晶粒子を有し、DASは106 μmであった。また、650 °C条件における発泡後試料の初晶粒子は球状、DAS測定結果は109 μmであり、加熱前の初晶粒子と形状・寸法ともに類似している。したがって、650 °C条件では、プリカーサの初晶粒子が残った半熔融状態で気孔成長が進行すると考えられる。一方、670 °C条件における発泡後試料の初晶粒子はデンドライト状であり、DAS測定結果は72 μmであった。したがって、670 °C条件では発泡前後の初晶粒子の形状・寸法共に差異が確認される。そのため、670 °C条件では、液相状態で気孔成長が進行すると考えられる。

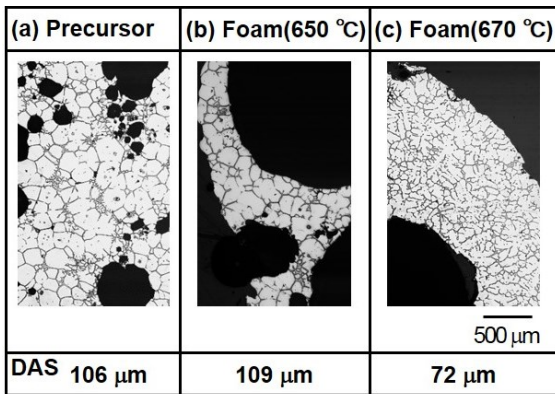


Fig.2 Microstructures in the precursor and the cell walls of foams.

Fig.3に650 °C条件、670 °C条件における相対投影面積 A/A_0 及び温度履歴を示す。両条件ともに加熱板温度 T が 620 °C 程度から発泡を開始し、急激な発泡が生じた後、保持時間経過に伴い緩やかに発泡が進行することがわかる。Fig.4に両条件の気孔成長過程を示す。各 X 線透過像において、色の濃い部分がセル壁を、薄い部分が気孔を表す。加熱開始直後 ($T=20$ s) では、両条件に大きな差異は確認されなかった。しかしながら、加熱時間 $T=400$ s では、670 °C 条件よりも、650 °C 条件において、微細な白色部が顕著に確認された。したがって、650 °C 条件では、微細な気孔が存在する。また、加熱時間が経過した加熱時間 $T=600$ s において、670 °C 条件では気孔同士が合体し、加熱時間 $T=400$ s 時よりも気孔が粗大化した。一方で、650 °C 条件では、気孔同士の合体及び粗大化の進行速度は遅く、加熱時間 $T=600$ s においても微細な気孔の存在が確認された。したがって、650 °C 条件は 670 °C よりも気孔の安定性が高いことがわかる。

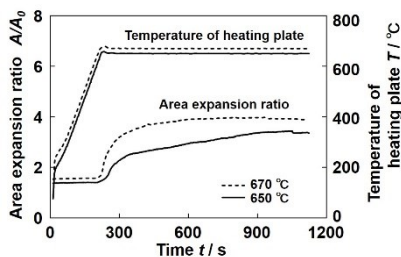


Fig.3 Area expansion ratio A/A_0 under 650 °C or 670 °C conditions.

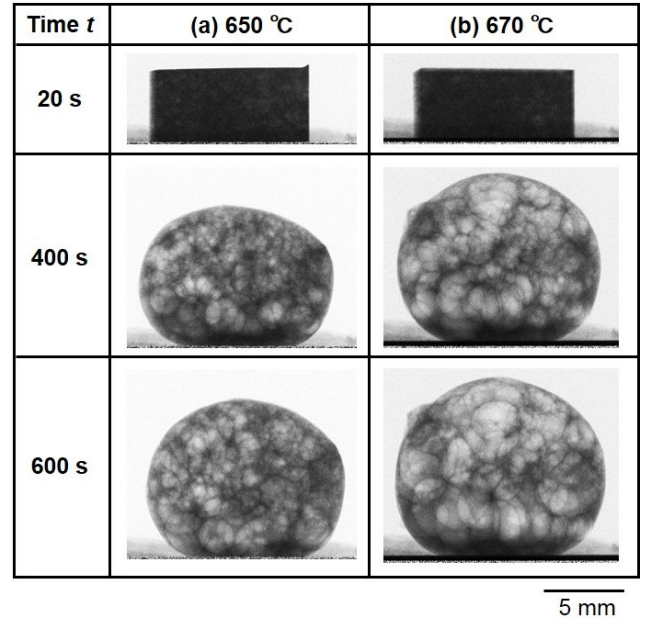


Fig.4 X-ray radioscopic images during pore growth.

以上より、気孔安定性の高い 650 °C 条件では半熔融状態で気孔成長が進行する。そのため、本研究によって、半熔融状態で存在する初晶粒子が気孔の安定性を向上させることが *in-situ* 的に明らかになった。

4. 結言

透過 X 線を用いて半熔融状態で作製した A2024 プリカーサの発泡挙動の *in-situ* 観察を行い、以下の知見を得た。

- ・加熱板温度 670 °C 条件と異なり、加熱板温度 650 °C 条件における発泡後試料の初晶粒子は、半熔融状態で作製したプリカーサと同様に球状かつ約 100 μm の DAS を有する。したがって、650 °C 条件では半熔融状態で気孔成長が進行すると考えられる。
- ・670 °C 条件と比較して、半熔融状態で気孔成長が進行する 650 °C 条件では気孔の合体及び粗大化の進行速度は遅い。したがって、半熔融状態で存在する初晶粒子が気孔の安定性を向上させる。

謝辞 本研究で用いた A2024 合金は (株) UACJ よりご提供いただいた。研究遂行に当たり、(株) イーズよりご支援いただいた。ここに謝意を表す。

参考文献

- 1) 福井ほか, 軽金属学会第 121 回秋季大会概要, (2011), 329.
- 2) 齊藤ほか, 第 64 回塑性加工連合講演会概要, (2013), 357.
- 3) J.Banhart *et al.*, Appl. Phys. Lett., **78**(2001), 1152.
- 4) K.Kadoi *et al.*, Met Foam 2007, (2008), 111.
- 5) W.Y.Kim *et al.*, Mater. Sci. Tech., **26**(2010), 20.
- 6) 軽金属学会 鑄造・凝固部会, 軽金属, **38**(1988), 54.