

2024.5.11 軽金属学会 第146回春期大会
軽金属奨学会特別奨学生セッション 講演番号5

セミソリッド発泡法で作製した 発泡アルミニウム合金のセル壁安定性

修士・博士課程研究題目

「三次元浸透理論を用いたセミソリッド法のセル壁安定化メカニズム」

「セミソリッド法による発泡アルミニウム合金の
気孔安定化メカニズムの解明とその作製条件最適化」

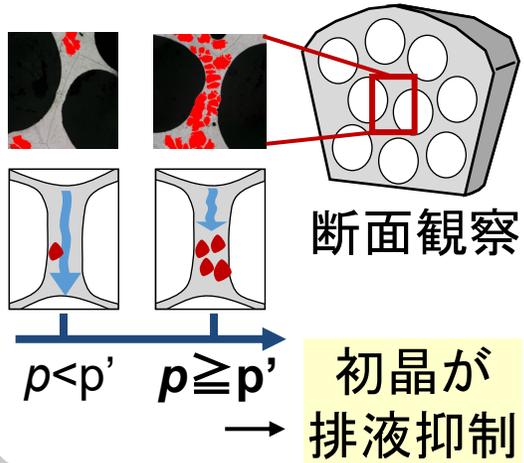
2020.4~2024.3

早稲田大学 高松聖美

鈴木進補

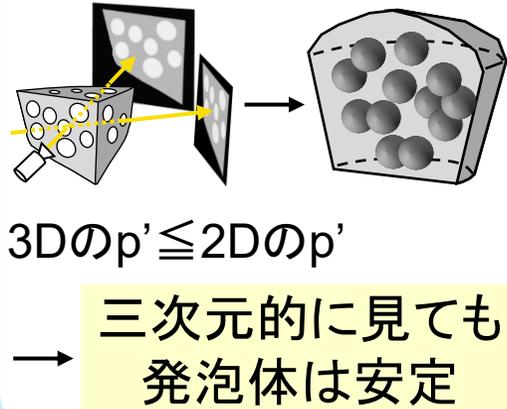
2020

浸透理論適用



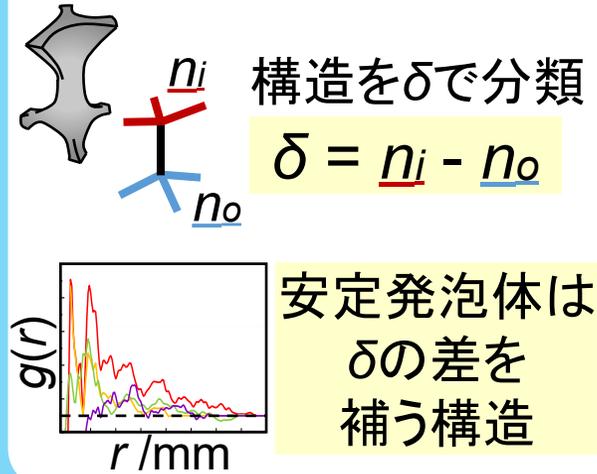
2021

X線CT観察による 3Dへの拡張



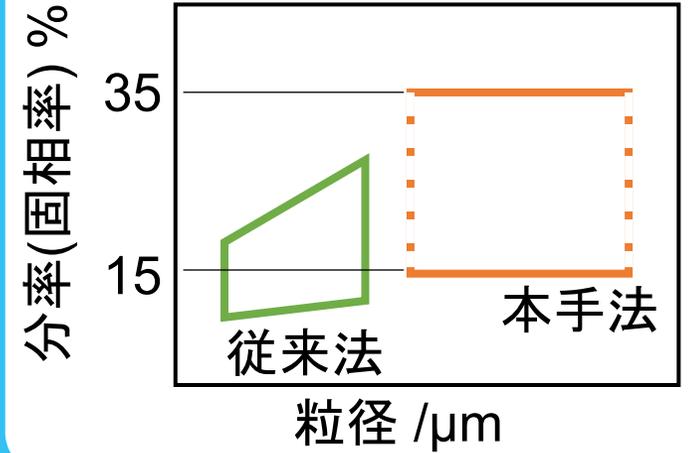
2022

構造解析

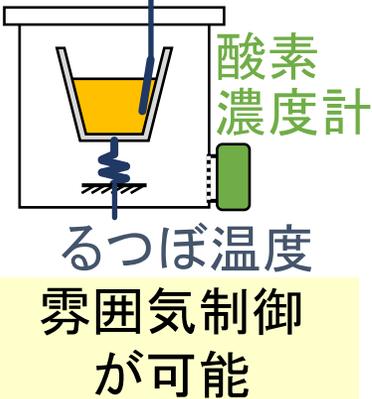


2023

最適固相率の解明

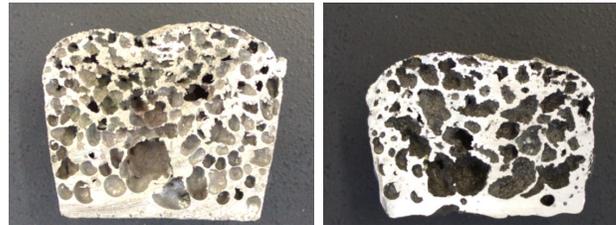


電気炉作製 溶湯温度



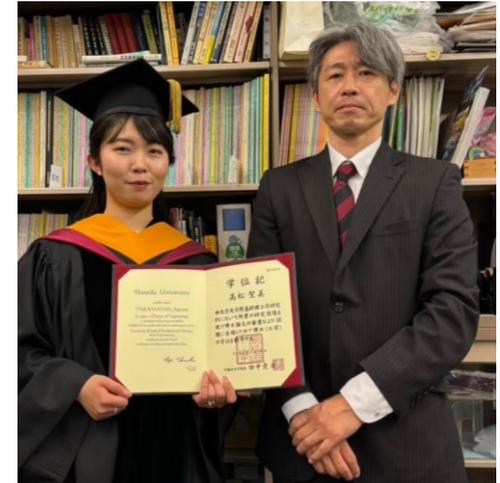
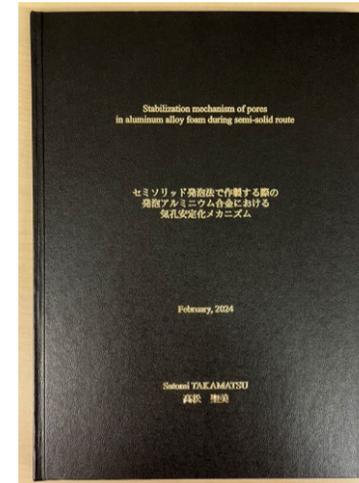
安定に寄与する酸素の影響

O₂濃度 18% 10 ppm



炉内の酸素が
安定性を向上

2024.4 博士(工学)取得



【論文】

- Characteristics of Pore Morphology in Aluminum Alloy Foams Fabricated by Semi-Solid Route among Multiple Experimental Runs, *Metals*, **13** (2023) 10, 1654.
- Percolation of Primary Crystals in Cell Walls of Aluminum Alloy Foam via Semi-Solid Route, *Metals*, **10** (2020) 7, 847.

【関連会議】

- Pore morphology of aluminum alloy foam changing with fabrication conditions of semi-solid route
第144回軽金属学会春期大会, 2023.
- Stabilization mechanism of aluminum alloy foam affected by primary crystals an cell wall structure
CellMAT2022 7th International Conference on Cellular Materials, 2022.

【学会・その他講演】

- CellMAT2024, 2022
- MetFoam2023
- 軽金属学会第139, 141, 142, 144, 145, 146回
- 日本塑性加工学会2023年度ポラス材料分科会
- ベルリン工科大学, DLR, ドルトムント工科大学,
ノースカロライナ州立大学





レストラン壁[1]



熱伝導体[2]



軽量



建物外壁[5]

吸音

吸熱

衝撃吸収

環境負荷低減

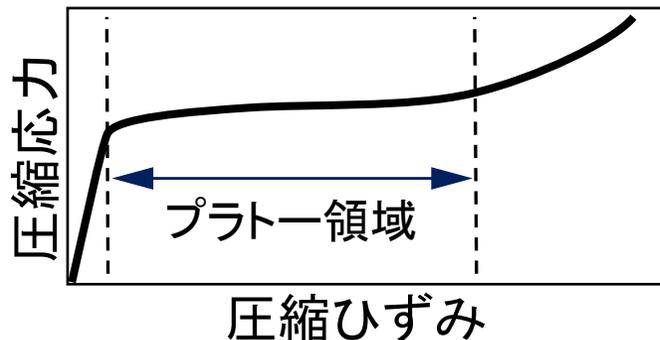
デザイン性



自動車衝突試験[3]



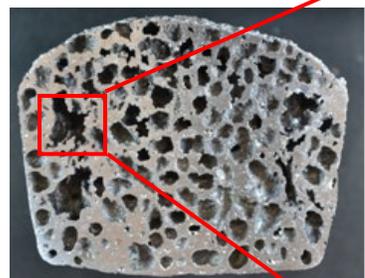
クラッシュボックス[4]



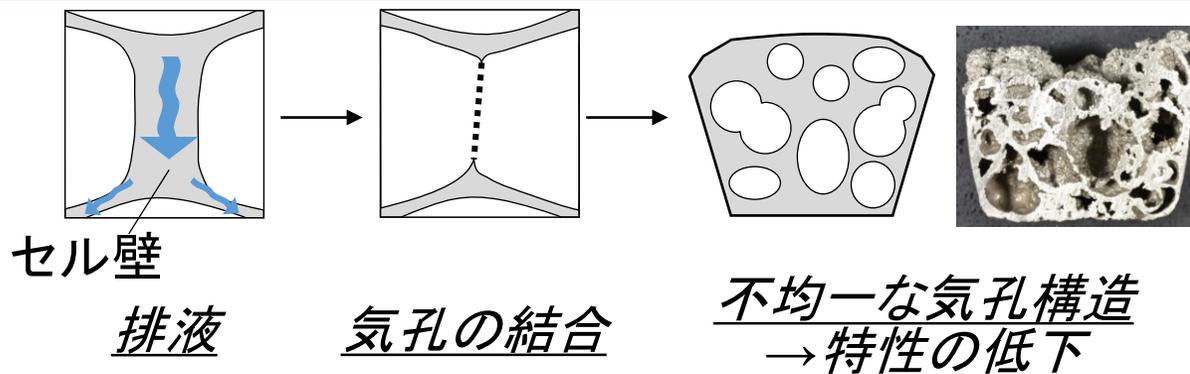
発泡アルミニウム合金

さらなる工業利用のためには、均一性と再現性が必須

[1] Alusion, Cymat: <http://www.cymat.com/> [2] Chalco aluminum fabrication: <https://www.aluminum-foam.com/>
[3] JNCAP: <http://www.nasva.go.jp/mamoru/index.html> [4] Cidaut: <https://www.cidaut.es/> [5] Pohl: <https://www.pohl-facades.com/en/>

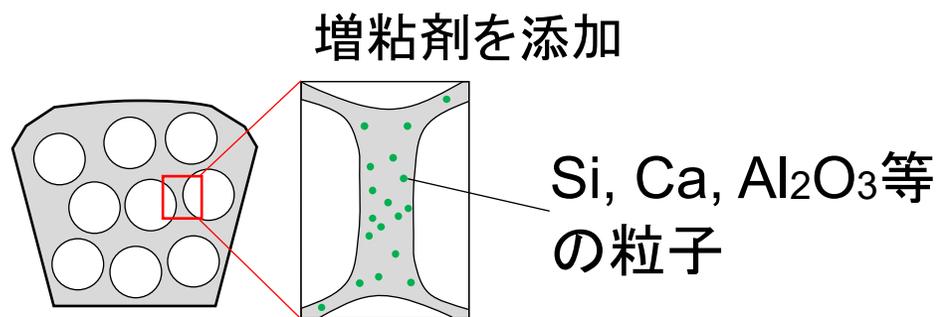


発泡Al合金^[6]



排液の抑制には
溶湯の増粘が重要

✓ 溶湯発泡法^[7,8]



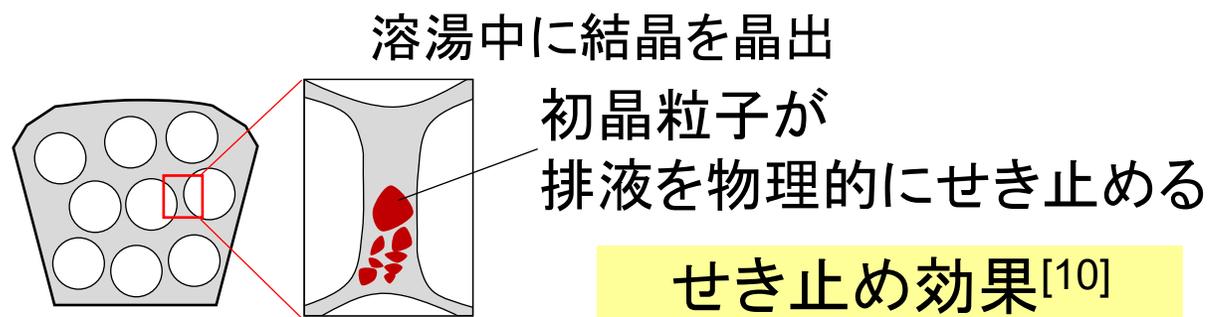
良い点

作製に最適な添加条件が明らか

問題点

増粘剤がもとの組成を変化させる。

✓ セミソリッド発泡法^[9] (本研究)

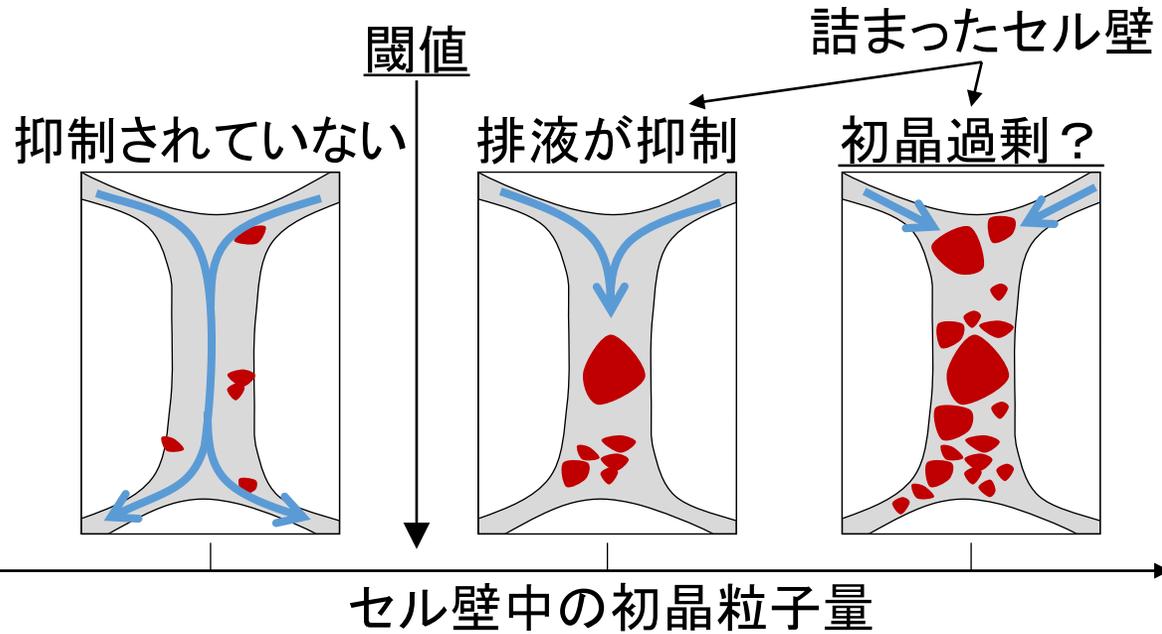


せき止め効果^[10]

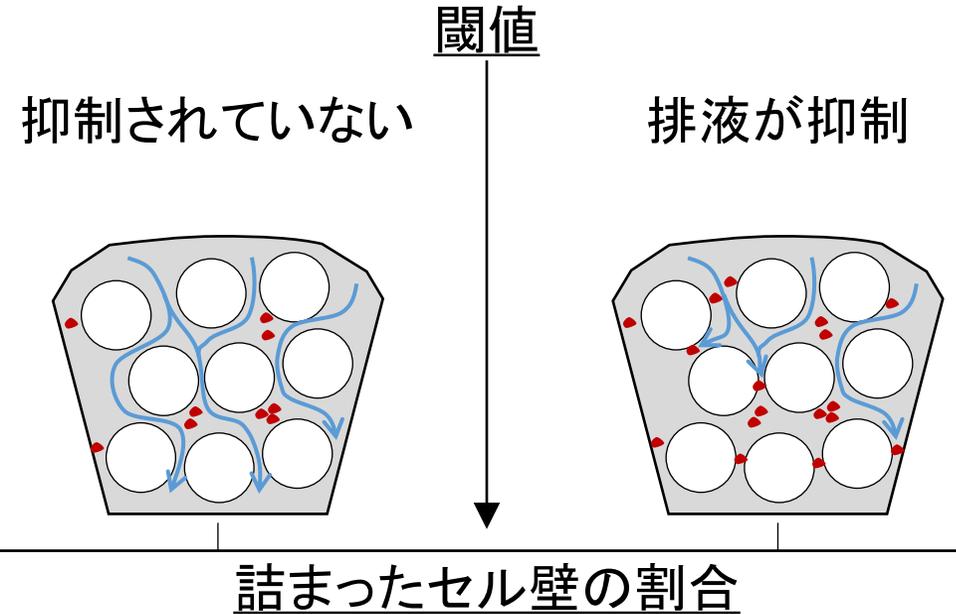
- ・せき止め効果が発生する固相率が不明。
- ・実際の発泡体ではまだ観察されていない。

[6] T.Kuwahara, et al., Metals, 9(2019)88. [7] T.Miyoshi, et al., Adv. Eng. Mater., 2(2000)179. [8] K.Heim, et al., Acta Mater., 99(2015)313. [9] T.Hanafusa, et al., Bull. Hiroshima Pref. Tech. Res. Inst., (2010)28. [10] T.Kuwahara, et al., Metals, 10(2020)333.

セル壁の排液



発泡体の排液



浸透理論

確立 p :

流れ中の障害物 (初晶粒子, 詰まったセル壁)

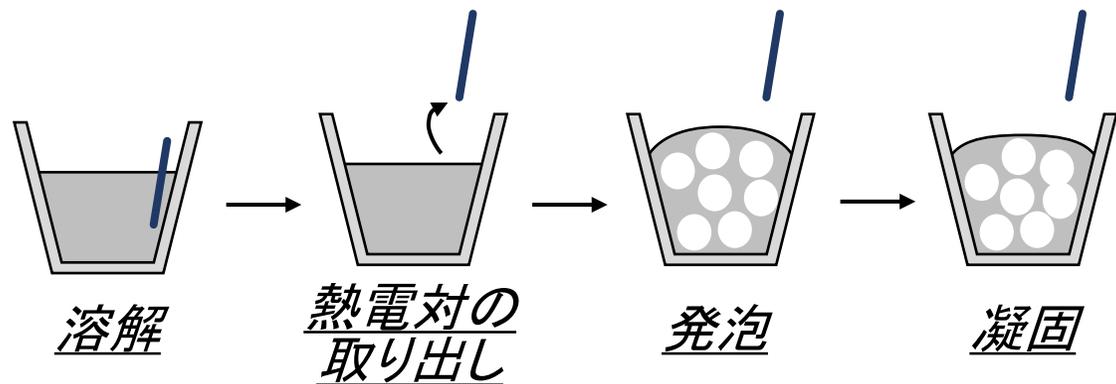
閾値 p' : 流れの抑制に最低限必要な障害物の割合

→ $p > p'$:
排液は抑制される。

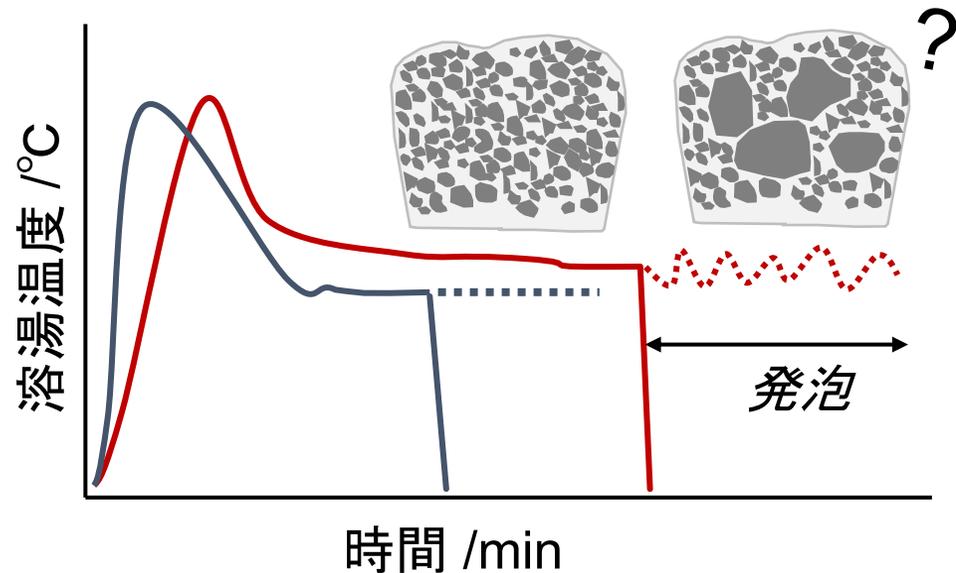
浸透理論の適用により, せき止め効果による発泡体の安定性を定量的に示す。

せき止め効果
均一性と再現性?

同じ設定条件下で作製しても...



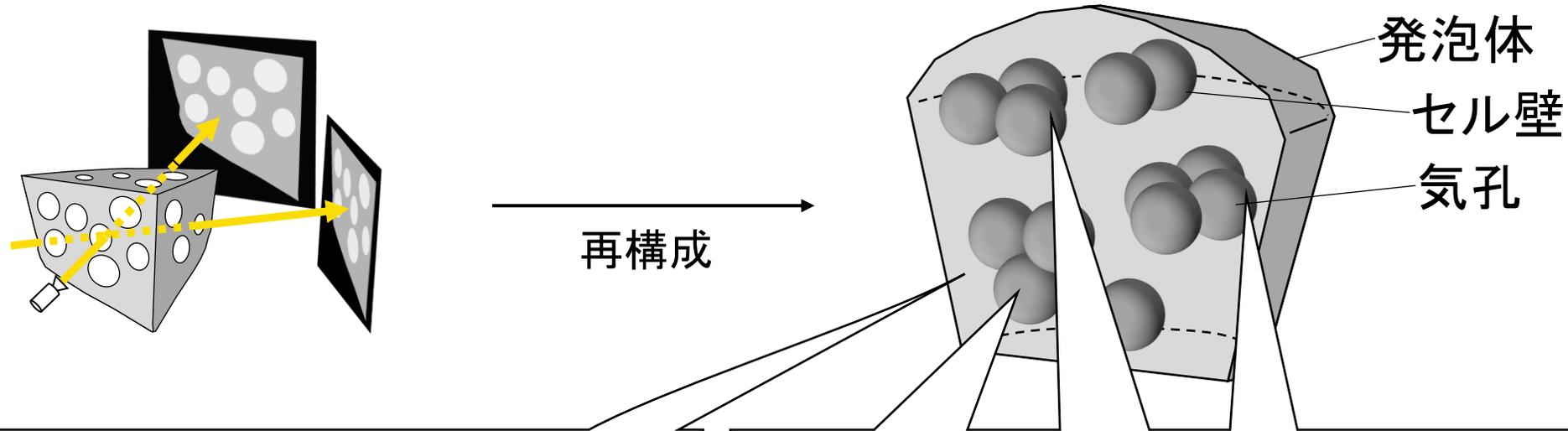
発泡中の溶湯温度が不明



作製時間、発泡中の溶湯温度が変化するので
気孔形態も作製毎にバラバラ

低い再現性では、工業利用や学術的な比較実験も困難.

X線 CTは発泡体の内部構造観察で非常に有用.



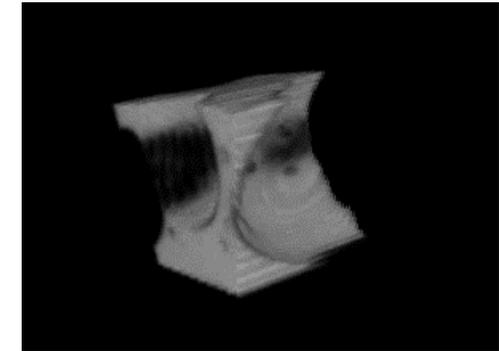
先行研究では

- ・発泡のダイナミクス^[10]
- ・圧縮中の気孔変形挙動^[11]

移動・変形する気孔の
その場観察

本研究

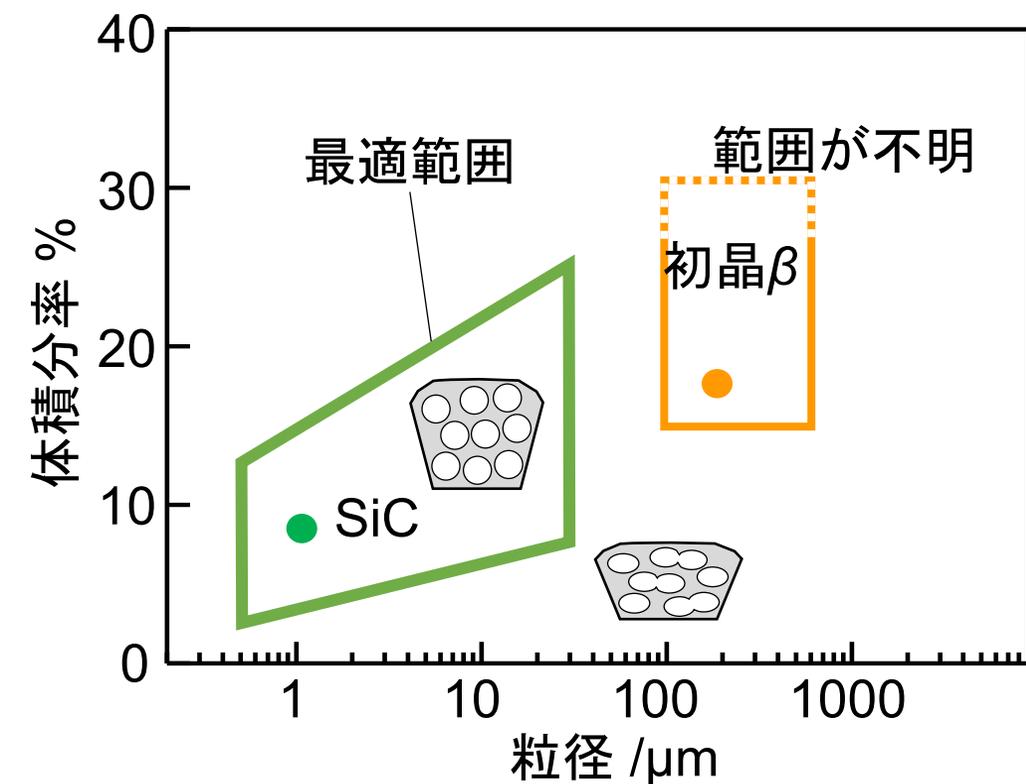
- ・セル壁の繋がり
- ・それぞれの
配置を定量評価



構造中のセル壁ひとつひとつに着目し, 定量的に評価する.

目的: セミソリッド発泡法における発泡体の安定化メカニズムを明らかにする.

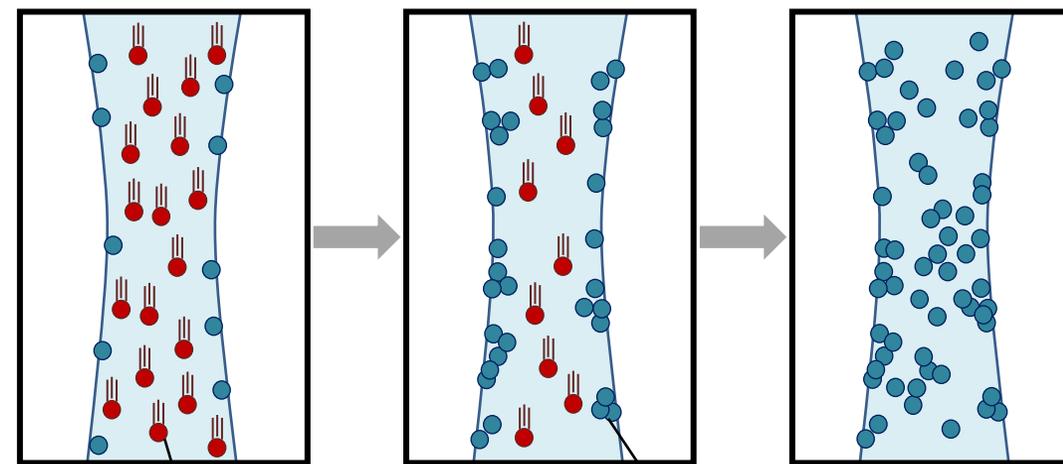
- 発泡体中のセル壁における浸透理論に基づく初晶粒子のせき止め効果
- 安定な発泡体作製における最適な固相率および酸素が安定性に与える影響
- 初晶粒子によって安定になった発泡体内部のセル壁構造
- 総括



最適な増粘剤の添加条件^[13, 14]

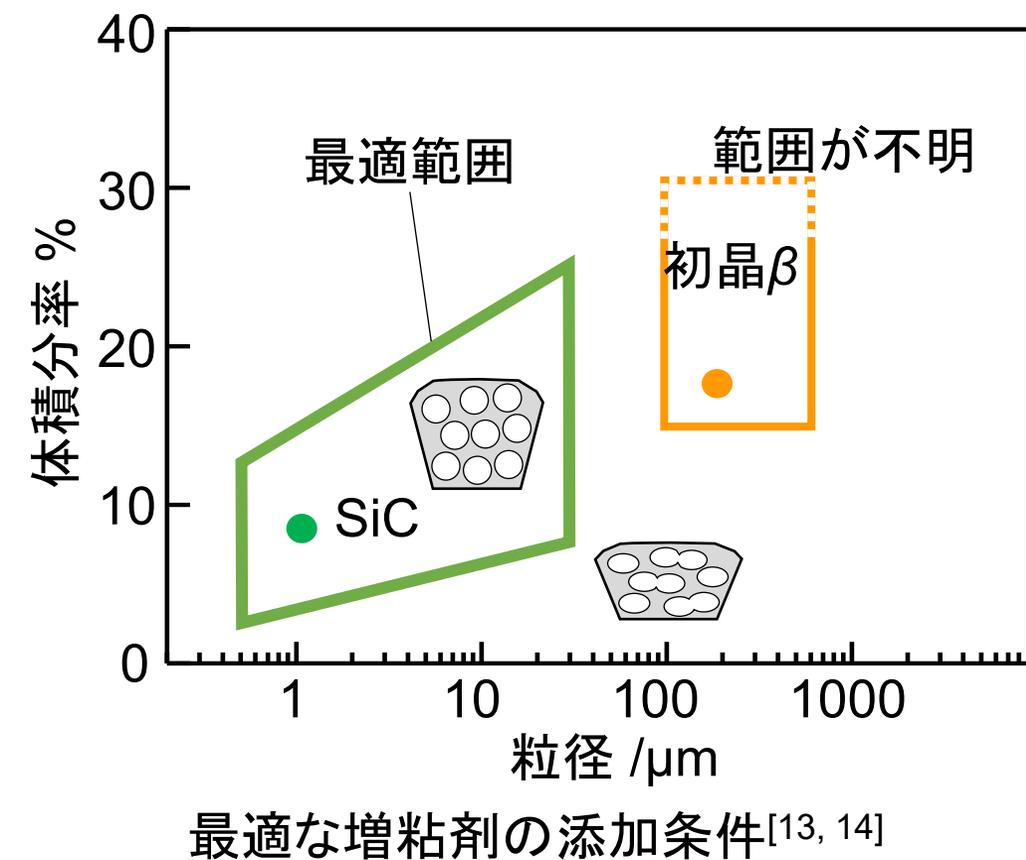
溶湯発泡法 (従来法)

- ・最適範囲がすでに明らか^[13, 14]
- ・溶湯のみかけ粘度を増粘剤によって増加させ、排液を抑制する。



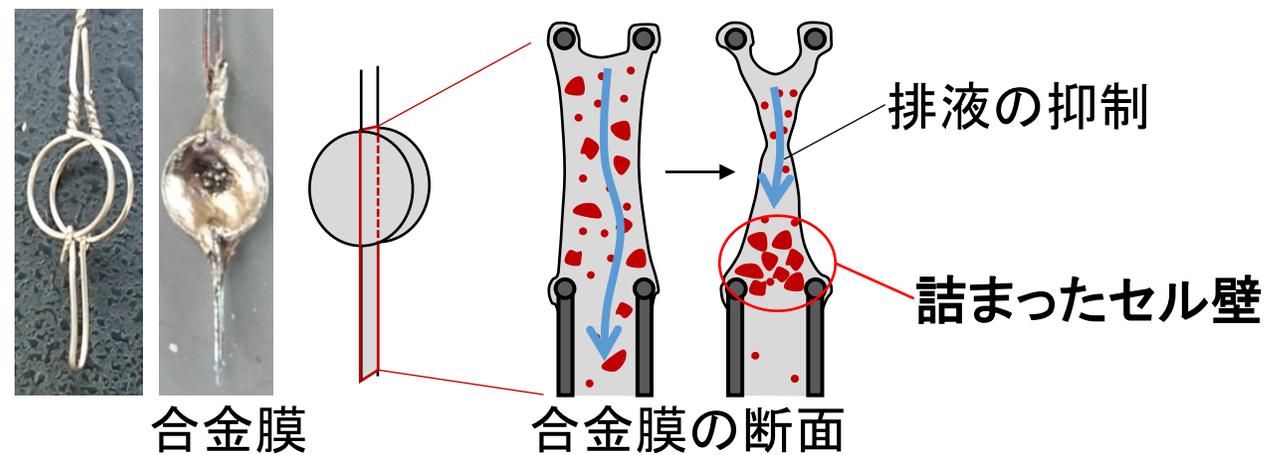
流動粒子

固着した粒子



セミソリッド発泡法 (本研究)

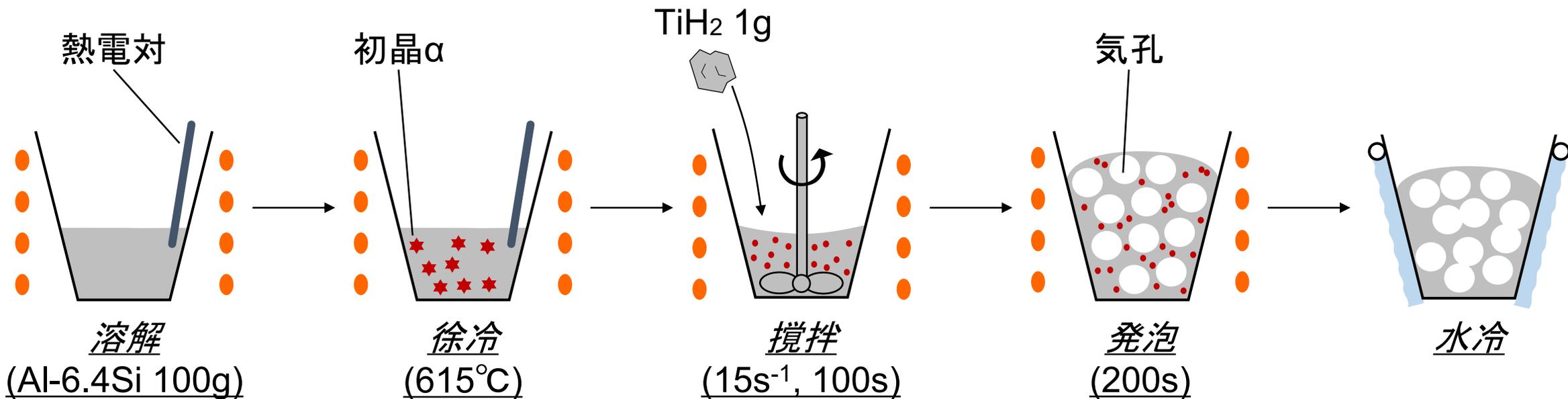
- ・平均初晶粒径は150 μm程度.
→溶湯発泡法の最適粒径より10倍程度大きい.
- ・せき止め効果による排液の抑制が、セル壁を模擬した合金膜でのみ観察されている^[15].



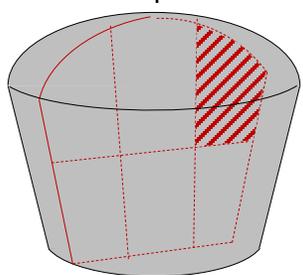
実際の安定な発泡体でせき止め効果が働いていることを定量的に示す.

浸透理論をセミソリッド発泡法で作製された
発泡体の安定性評価へ適用すること.

- 各セル壁のミクロ組織観察
- せき止め効果に対して浸透理論を適用
 - セル壁中の初晶粒子量を計測
 - 排液の抑制されたセル壁の割合を測定



作製後の発泡体



切断

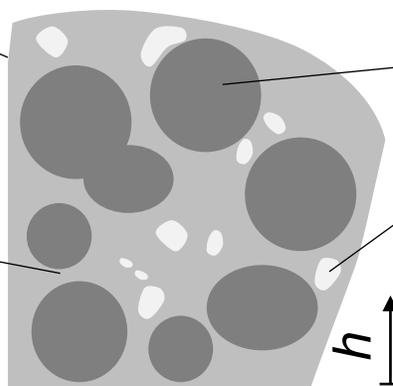
金属部

・面積 A_m

セル壁

・面積 A_{cw}

・体積 V_{cw}



マイクロ組織観察

気孔

初晶 α

・面積 A_{pr}

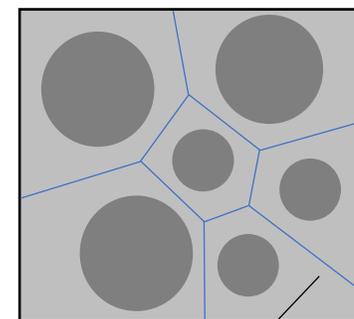
・直径 d_{pr}

・球径

$$S_{pr} = 1.67 d_{pr}^{[16]}$$

セル壁の判定:

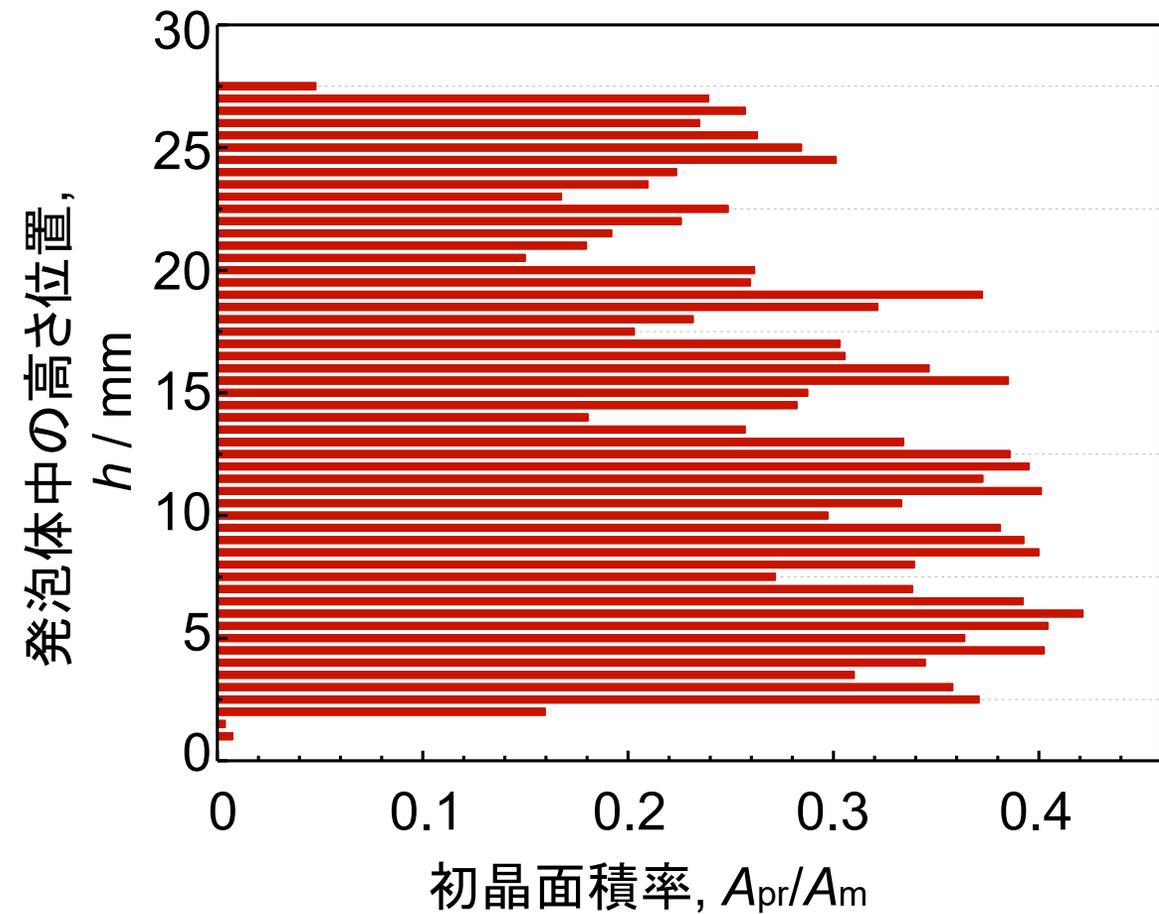
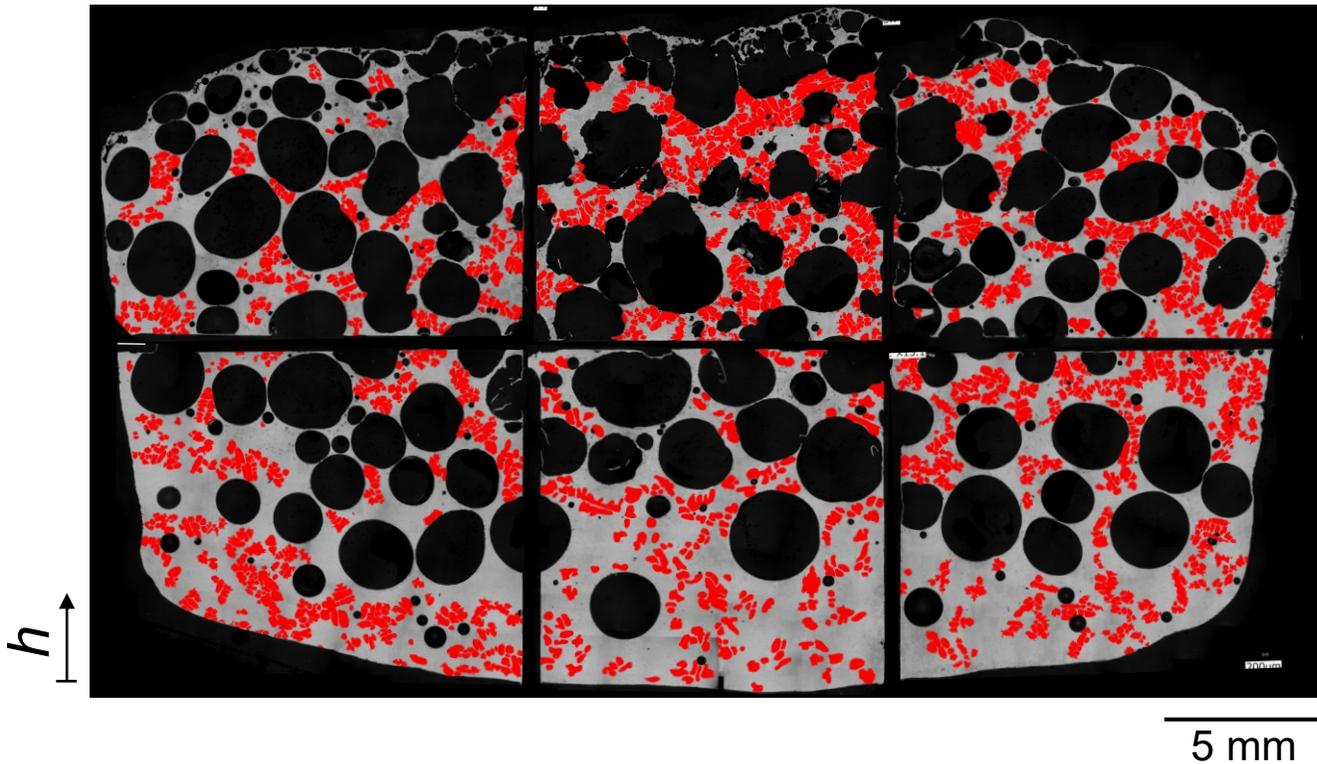
ボロノイ分割



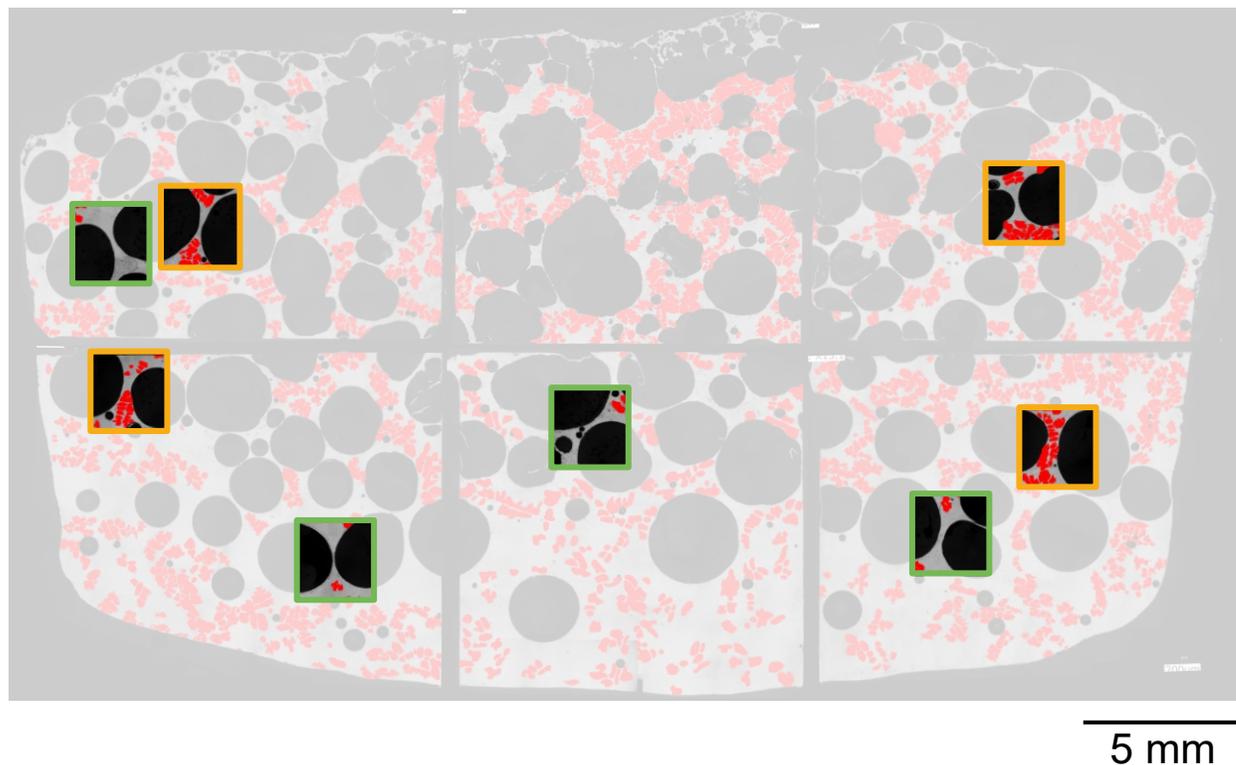
ボロノイ辺 = セル壁

[16] J.H. Hensler, J. Inst. Metals, 96(1968)190.

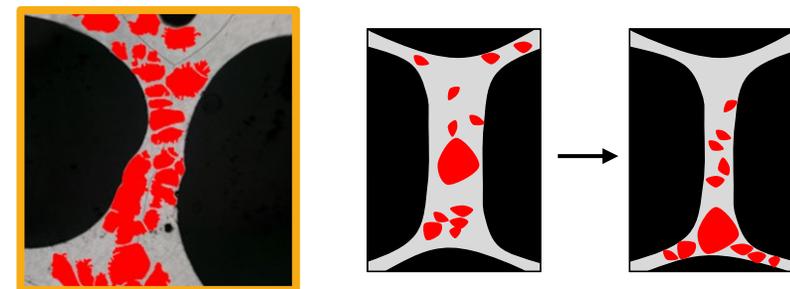
気孔率: 30.2%



未発泡部も少なく, 安定であると判定.

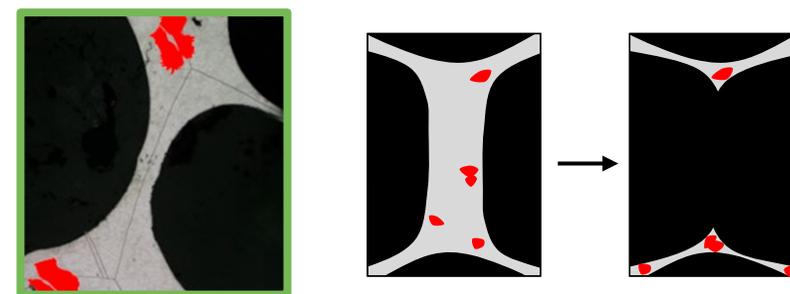


初晶あり



せき止め効果が働いている.

初晶無し・少ない



1 mm

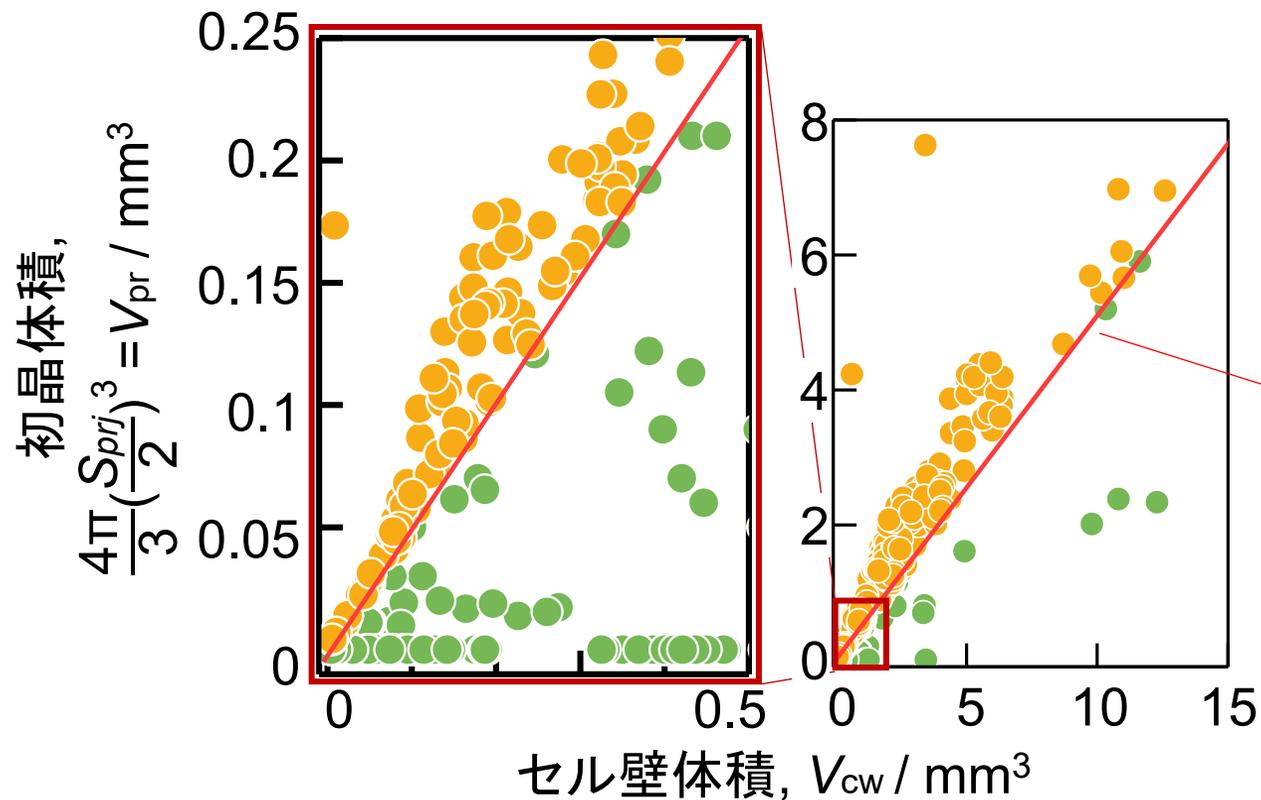
セル壁は
破膜しそう
だが...

せき止め効果は働かないが、
セル壁は形状を維持している.

なぜ初晶が存在せず、せき止め効果が働いていないセル壁も
形状を維持しているのか？

- ✓ セル壁における浸透確立 ρ_{cw}
(セル壁中の初晶体積割合)

$$\rho_{cw} = \frac{1}{V_{cw}} \sum_j \left(\frac{4\pi}{3} \left(\frac{S_{prj}}{2} \right)^3 \right)$$



$\rho_{cw} \geq \rho_{cw}'$: 安定
 排液は抑制される

浸透閾値 $\rho_{cw}' \doteq 0.58$ ^[16]

$\rho_{cw} < \rho_{cw}'$: 不安定
 排液は抑制されないはずである。

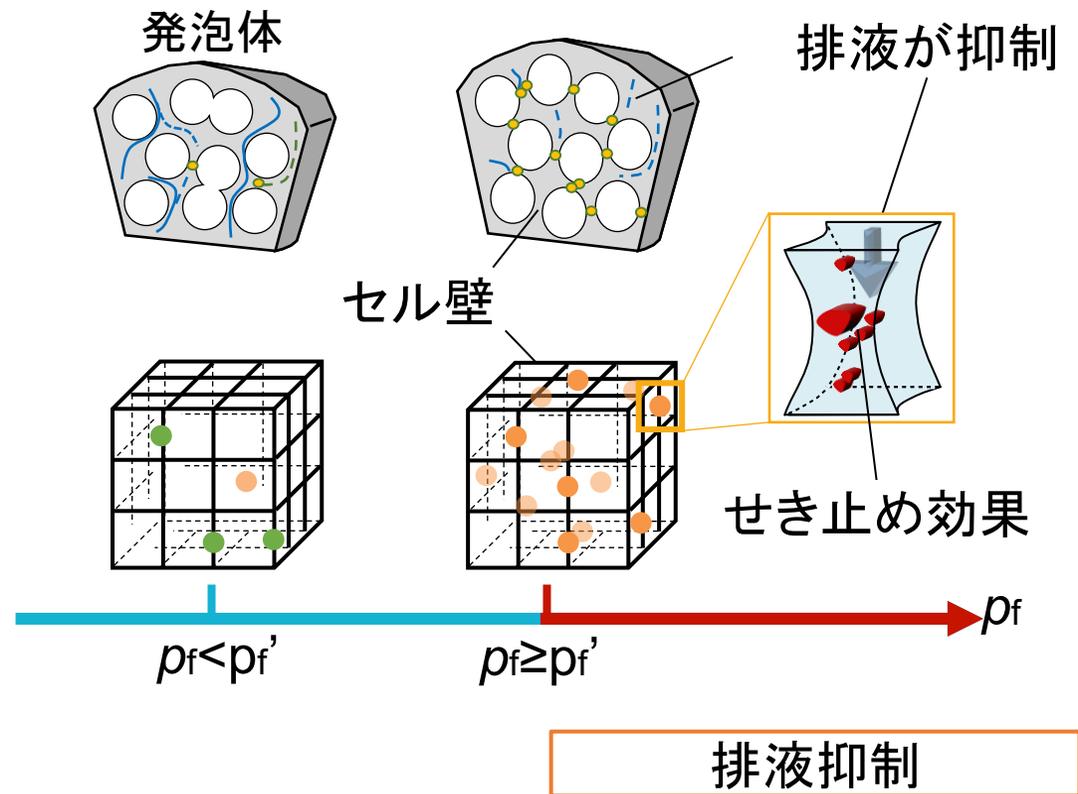
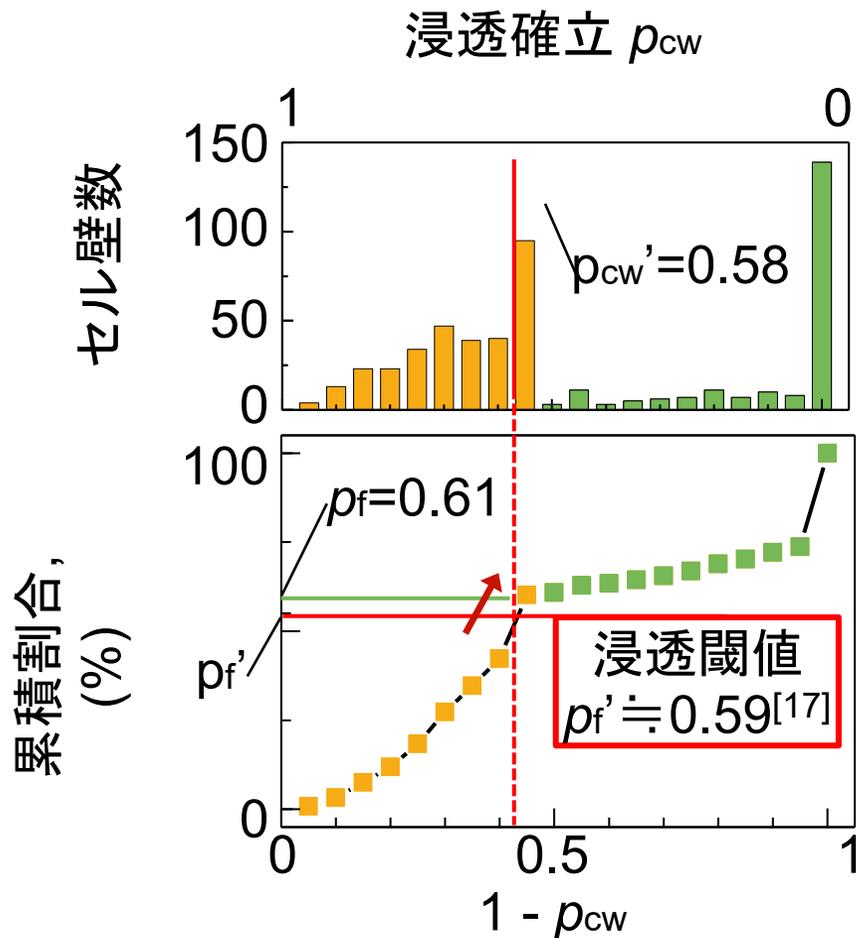
$\rho_{cw} \geq \rho_{cw}'$ のセル壁 → 詰まったセル壁と定義
詰まったセル壁が $\rho_{cw} < \rho_{cw}'$ のセル壁を支えているのか？

[16] L.N. Smith, et al., Phys. Rev. B, (1979).

- ✓ 格子構造における浸透確立 p_f
(詰まったセル壁の割合)

$$p_f = \frac{n_{cc}}{N_{ac}} = 0.61$$

n_{cw} : 詰まったセル壁数
 N_{cw} : すべてのセル壁数



初晶粒子によるせき止め効果が発泡体全体の排液を抑制することを定量的に示した。

[17] R. Kimmich, et al., Mag. Reson. Imaging, 19(2001).

安定な発泡体を定量的に評価するため浸透理論を適用し、せき止め効果が排液を抑制することを明らかにした。

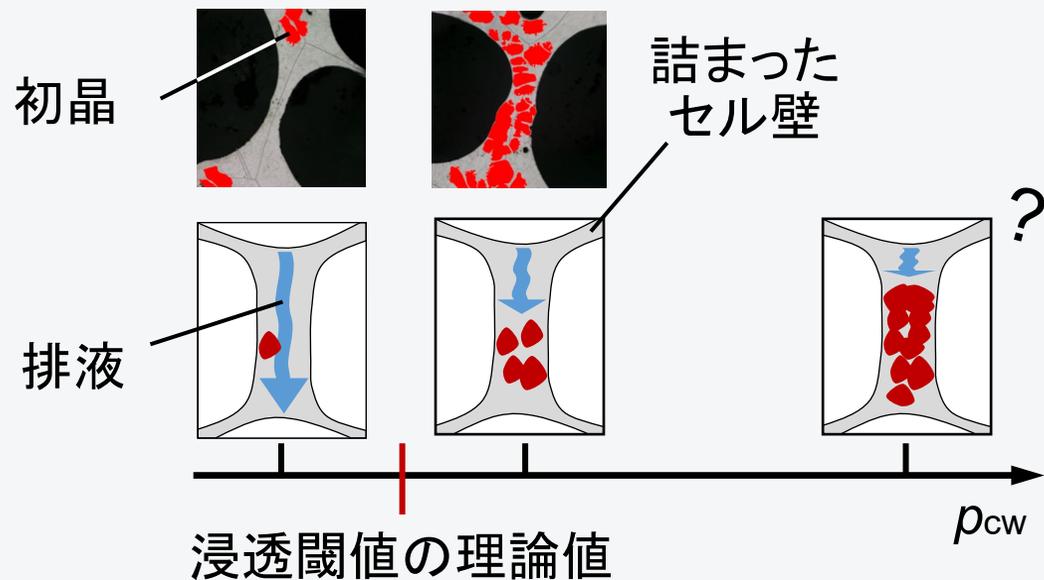
➤浸透理論によると、

- せき止め効果は発泡体全体でも働く。
- 初晶粒子が浸透閾値を超える時、排液が抑制される。

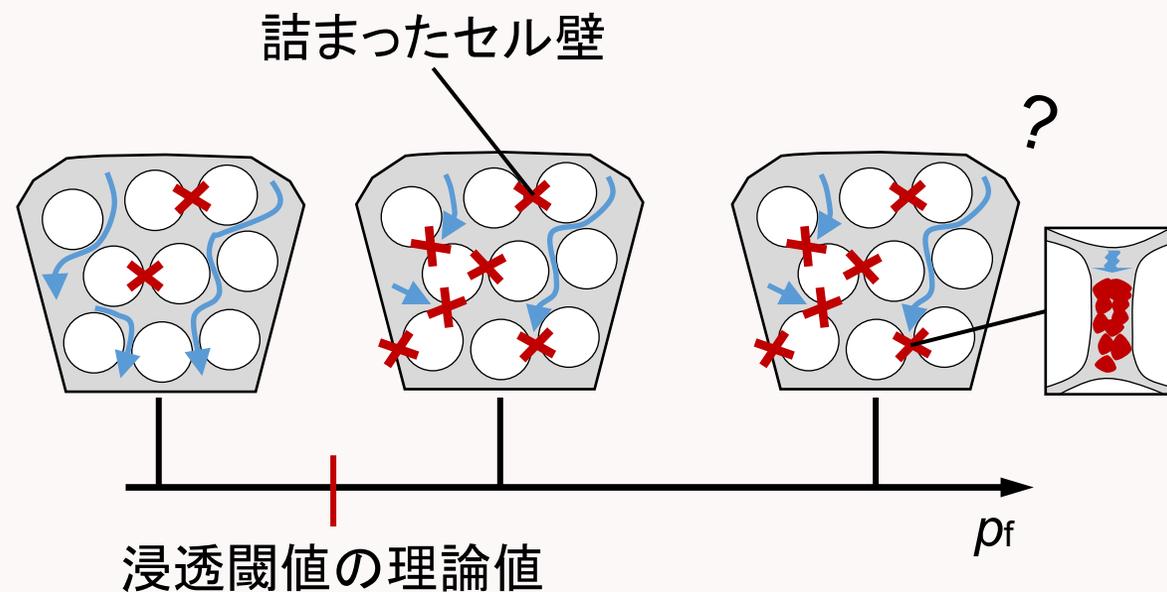
目的: セミソリッド発泡法における発泡体の安定化メカニズムを明らかにする.

- 発泡体中のセル壁における浸透理論に基づく初晶粒子のせき止め効果
- 安定な発泡体作製における最適な固相率および酸素が安定性に与える影響
- 初晶粒子によって安定になった発泡体内部のセル壁構造
- 総括

せき止め効果がいくつかのセル壁で働く。



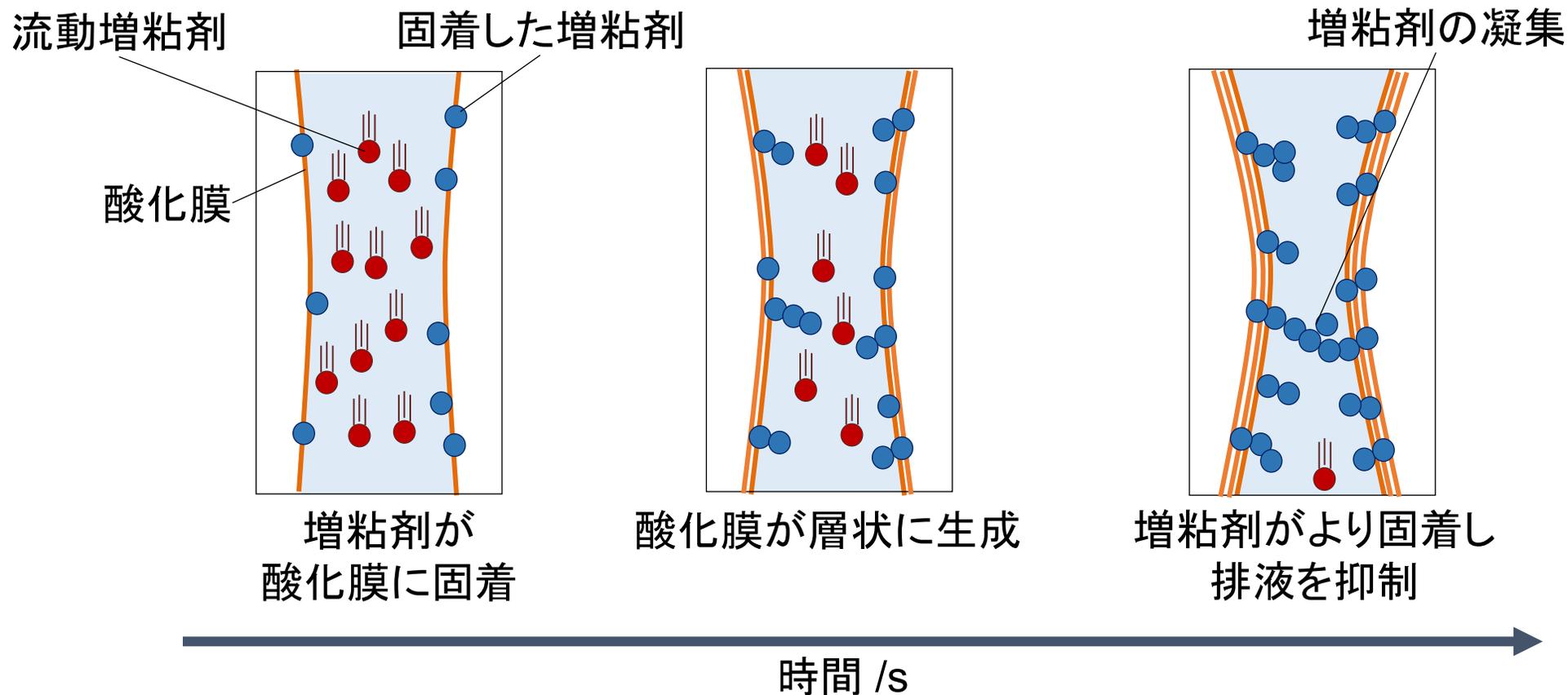
発泡体中でもせき止め効果発生。



実際の値(固相率の下限值)はどの程度？

他にも、固相率の増加はせき止め効果に悪影響なのか？ 固相率の上限は？
→比較実験実施のため、作製に高い再現性が必要。

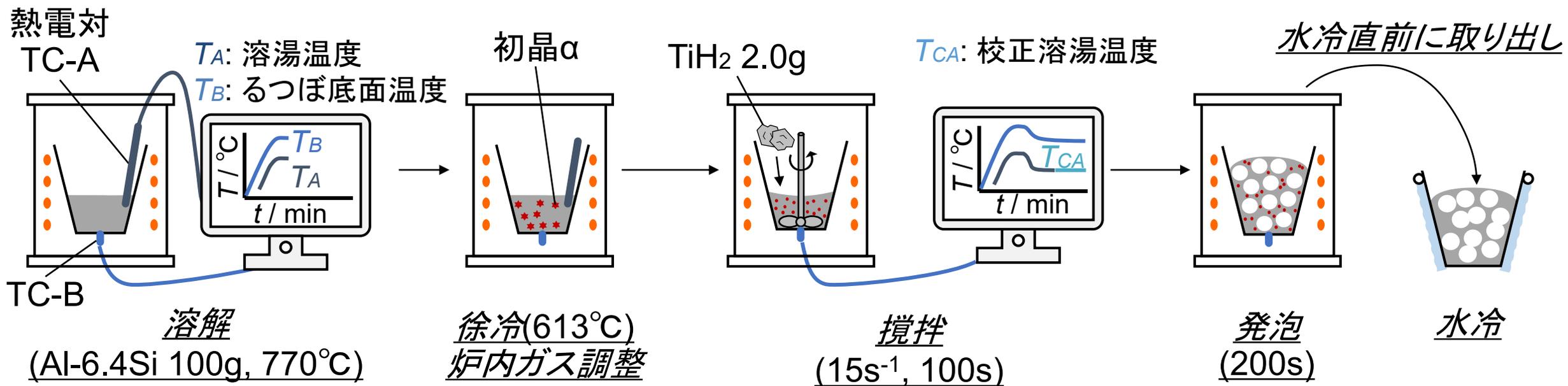
溶湯発泡法では炉内の酸素が安定性に好影響^[12]



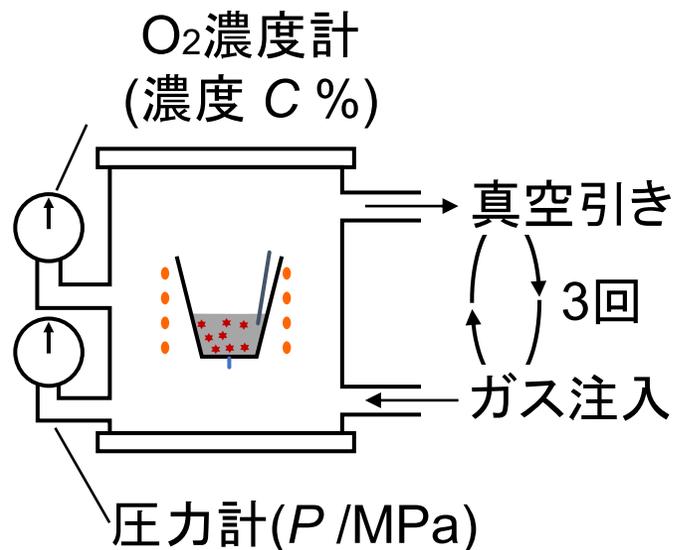
セミソリッド発泡法でも酸化膜が生成するか？
大きな初晶が酸化膜に固着するか？

最適な固相率の範囲を明らかにし、
さらに炉内の酸素が気孔の安定性に与える影響を
明らかにする。

- 発泡体を同一設定条件下、また酸素濃度が異なる条件下で作製する。
- わずかな溶湯温度の違いから、最適な固相率範囲を示す。



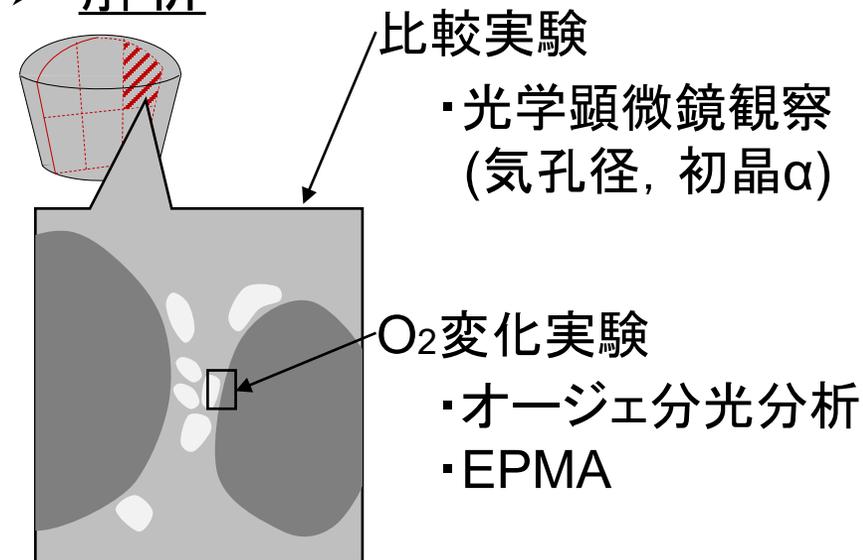
炉内のガス調整

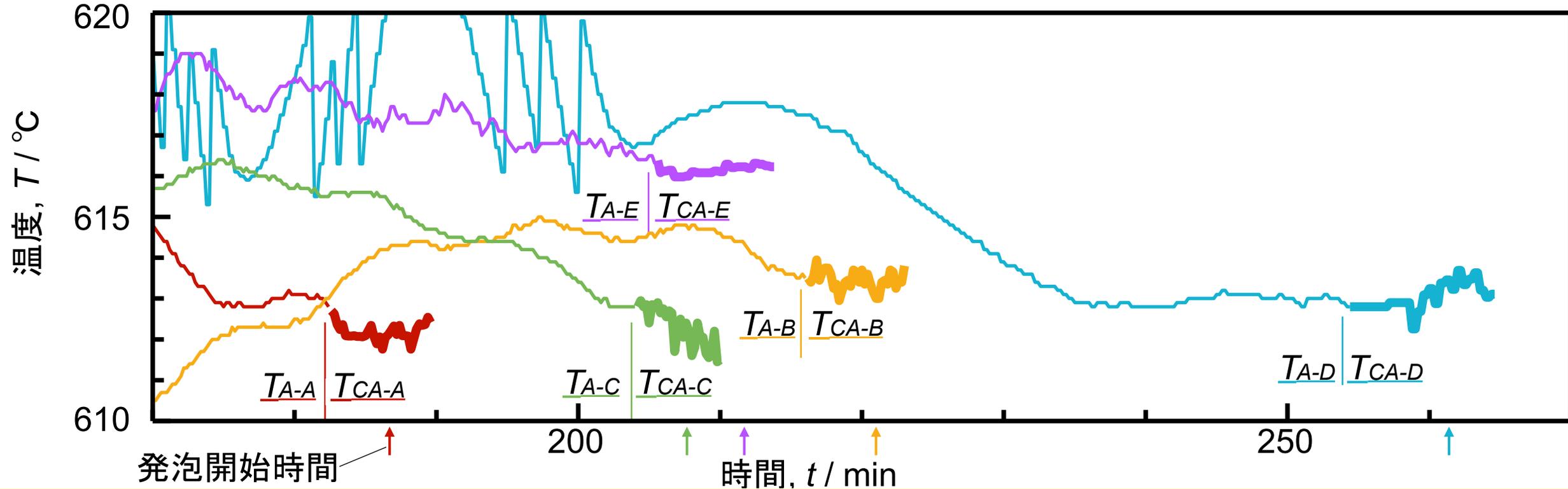
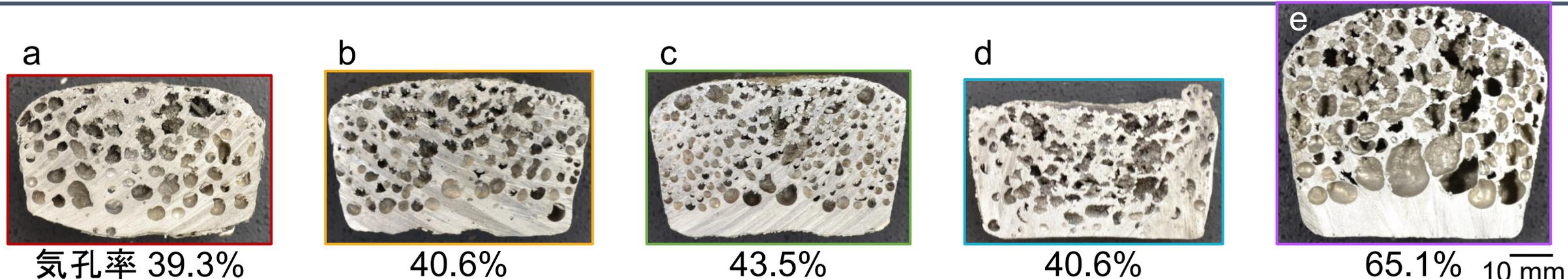


作製条件

	比較実験 (同一設定条件)	O ₂ 変化実験	
		純空気	Ar
注入ガス	純空気 (20% O ₂)	Ar	Ar
実験回数	5	1	1

解析





異なる作製時間, 溶湯温度により, 気孔形態が異なった.



気孔率 39.3%



40.6%



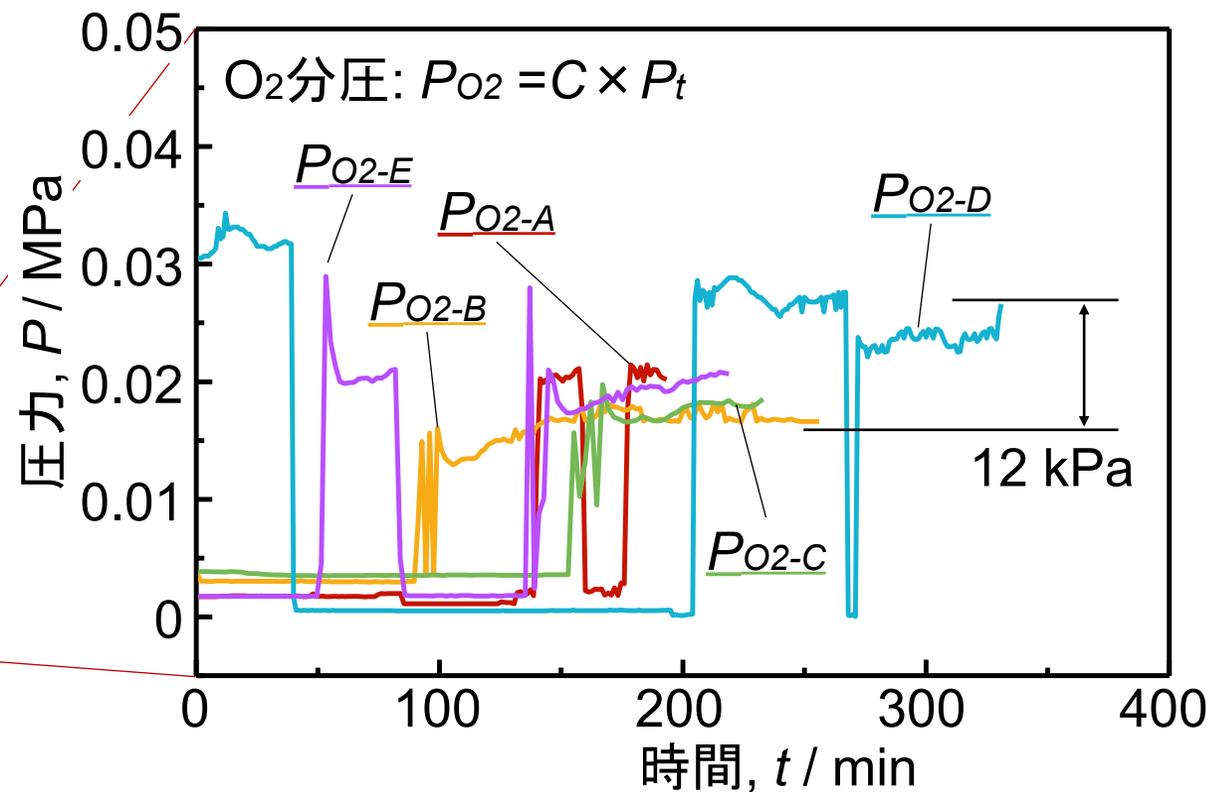
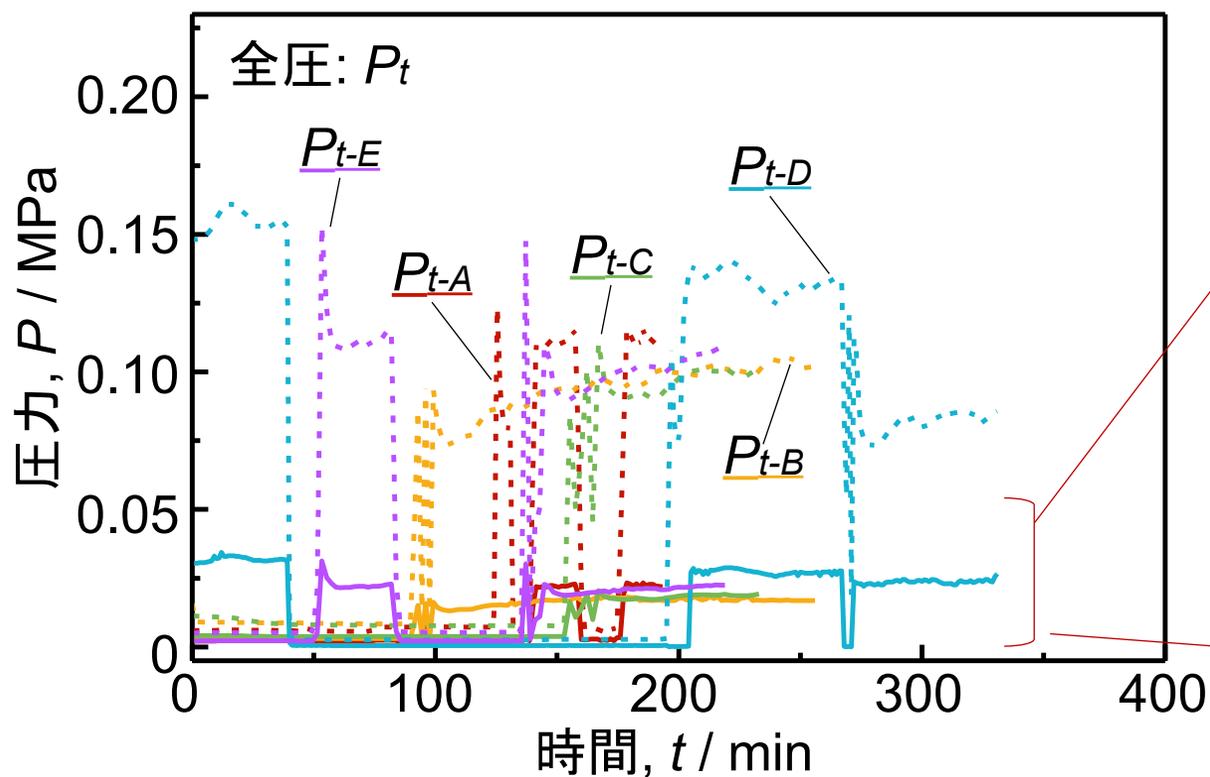
43.5%



40.6%



65.1% 10 mm



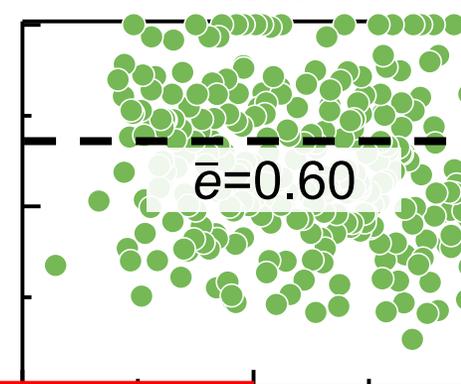
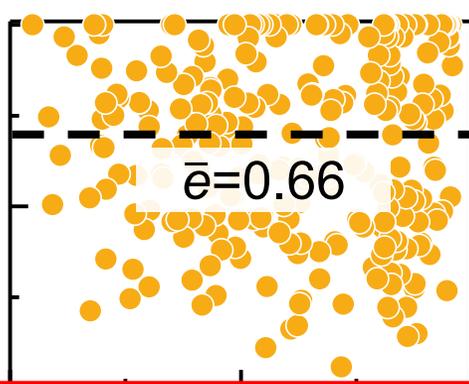
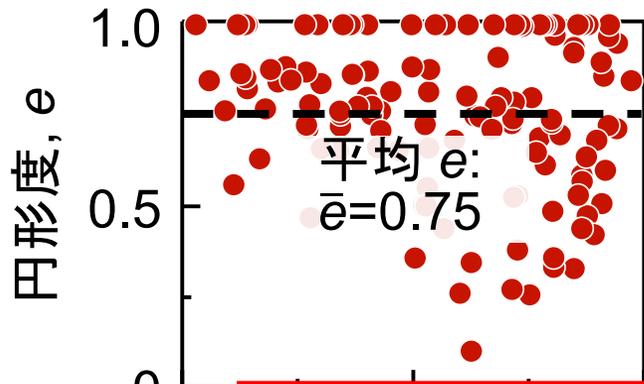
同程度の溶湯温度を持つ発泡体を比較



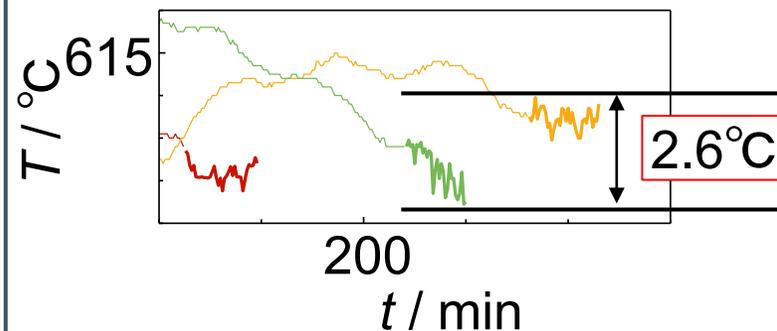
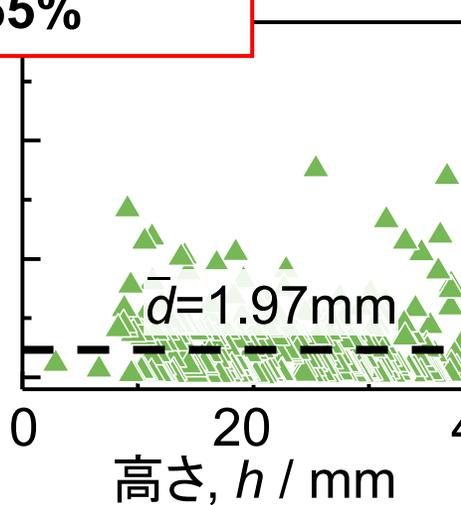
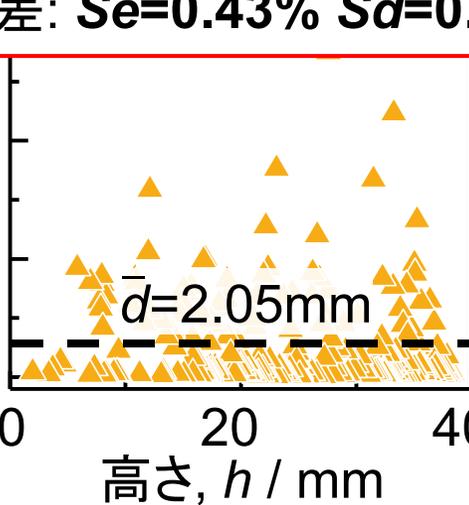
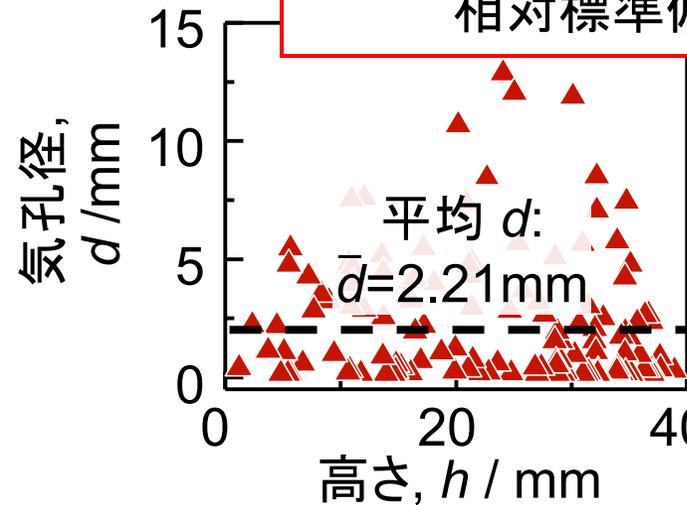
気孔率 $P=39.3\%$

40.6%

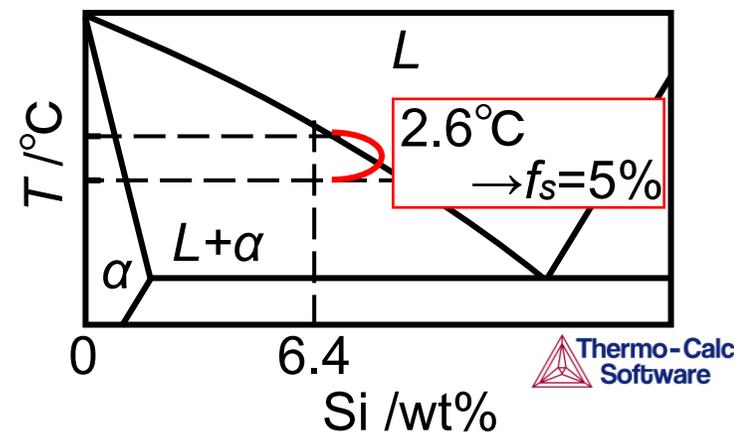
43.5%



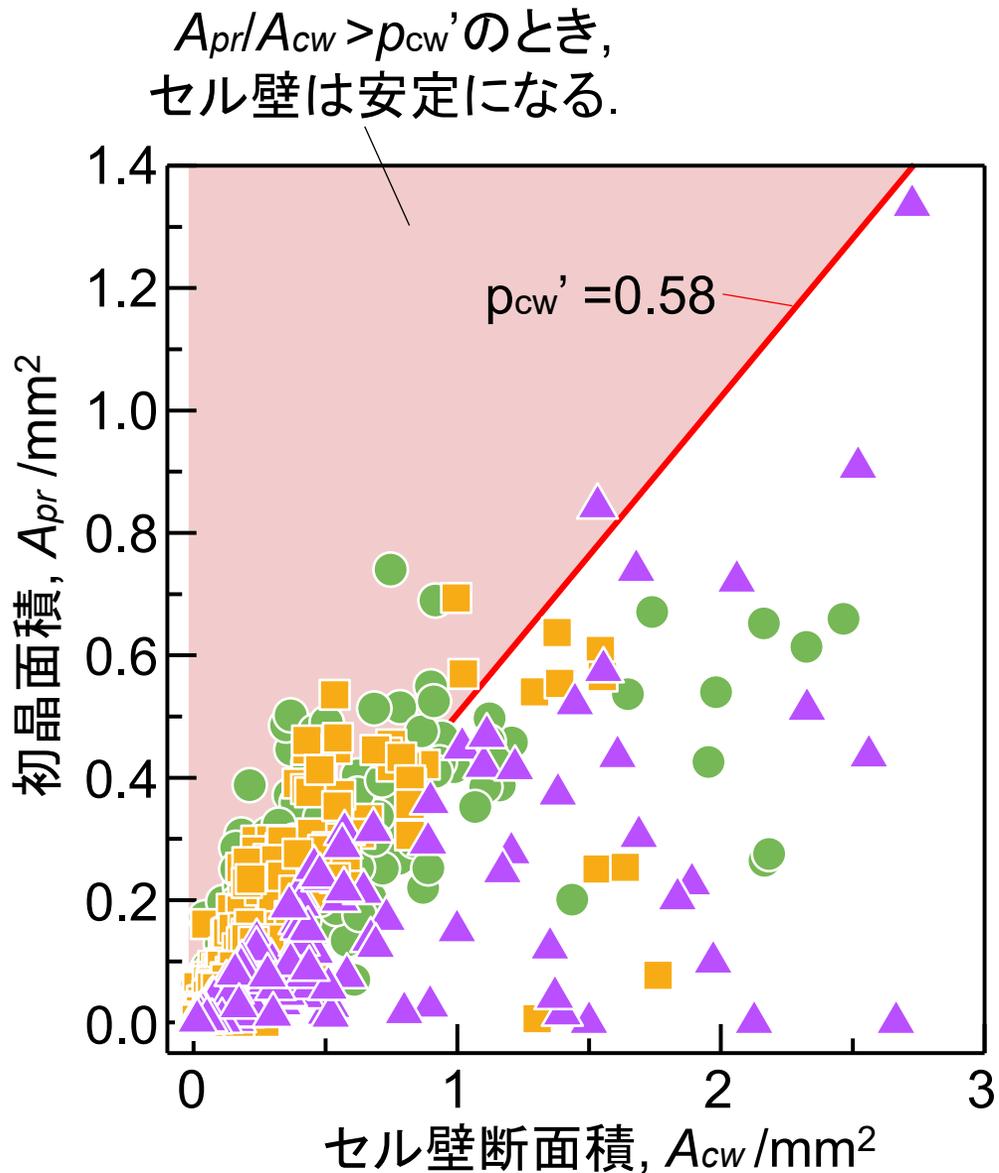
相対標準偏差: $S\bar{e}=0.43\%$ $S\bar{d}=0.65\%$



状態図によると...



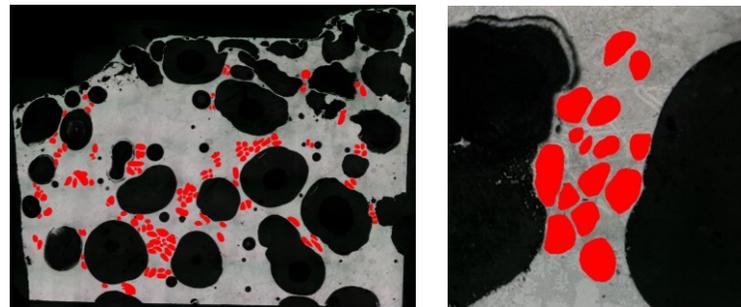
固相率5%のぶれは、
気孔形態を
大きく変化させない
許容範囲である。



詰まったセル壁の割合, p_f

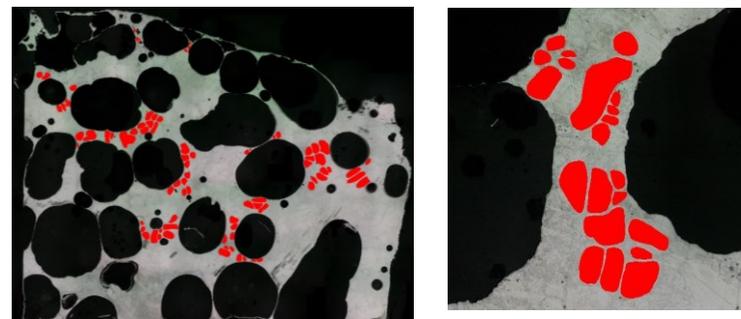
c: $f_s=19\%$ 安定

詰まったセル壁の割合:
 $p_{f-c}=0.45$



b: $f_s=14\%$ 安定

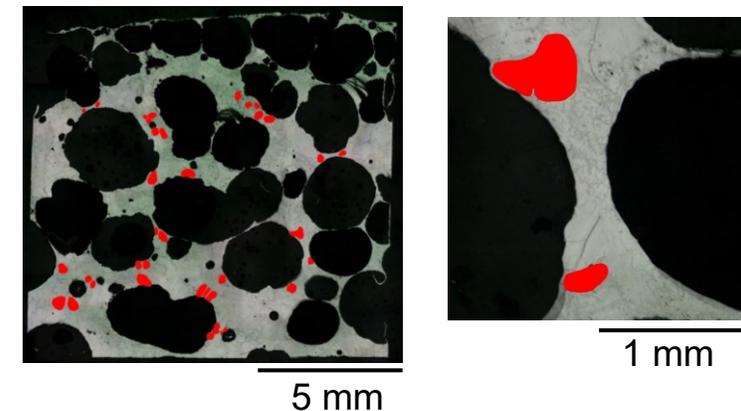
詰まったセル壁の割合:
 $p_{f-b}=0.34$

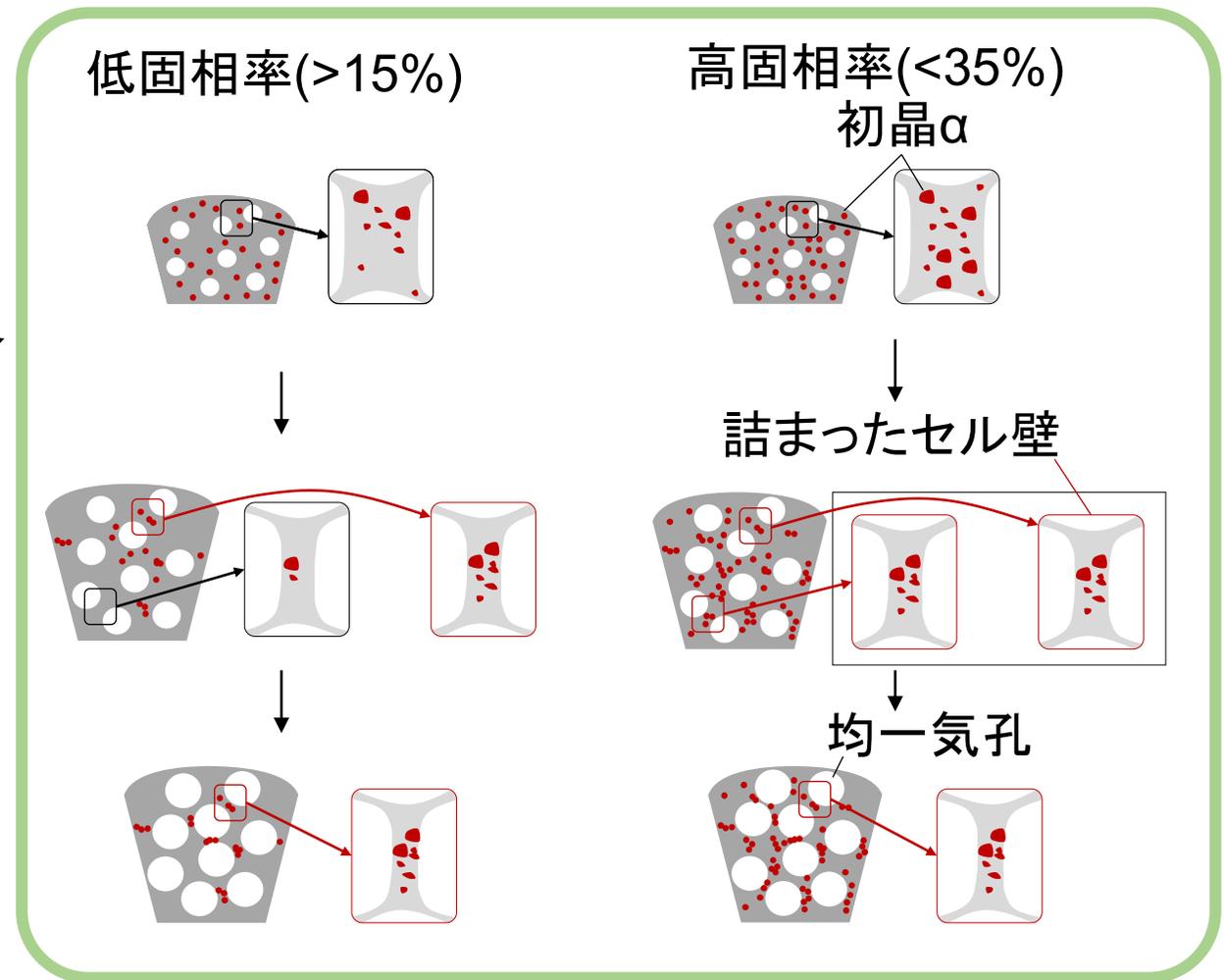
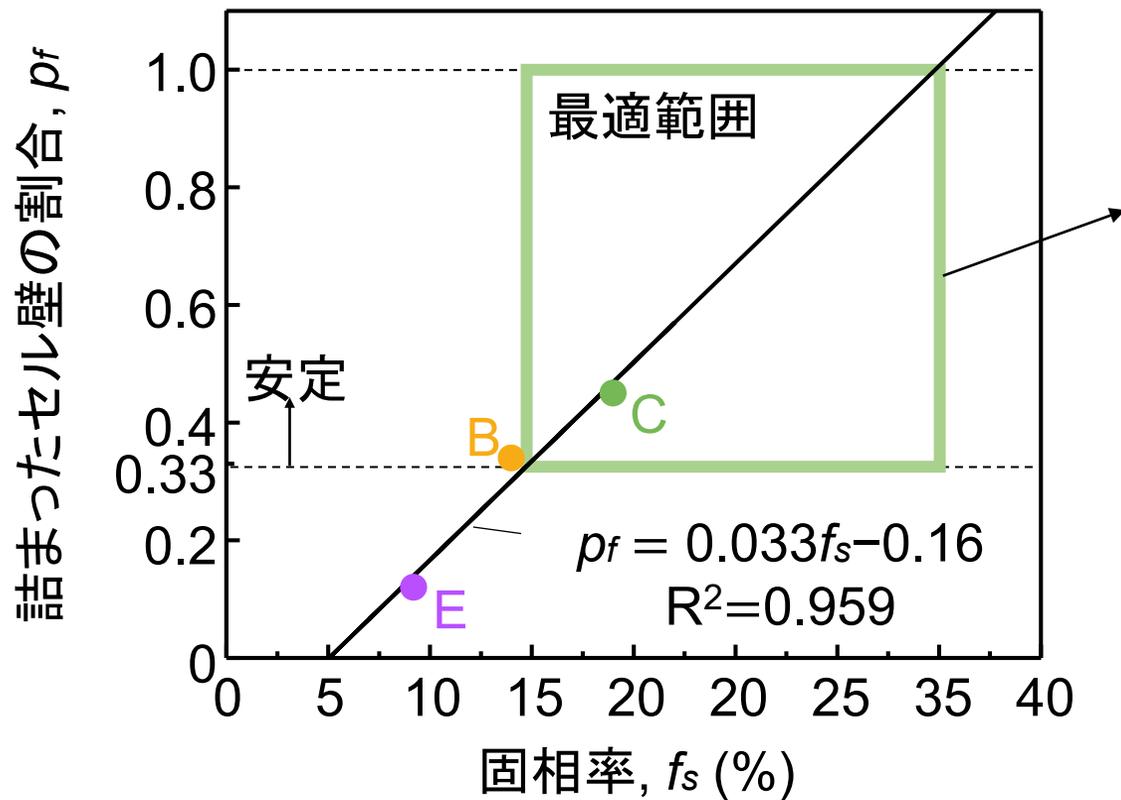


安定化に最低限求められる p_f (閾値): $p_f' = 0.33^{[14]*}$

e: $f_s=9.2\%$ 不安定

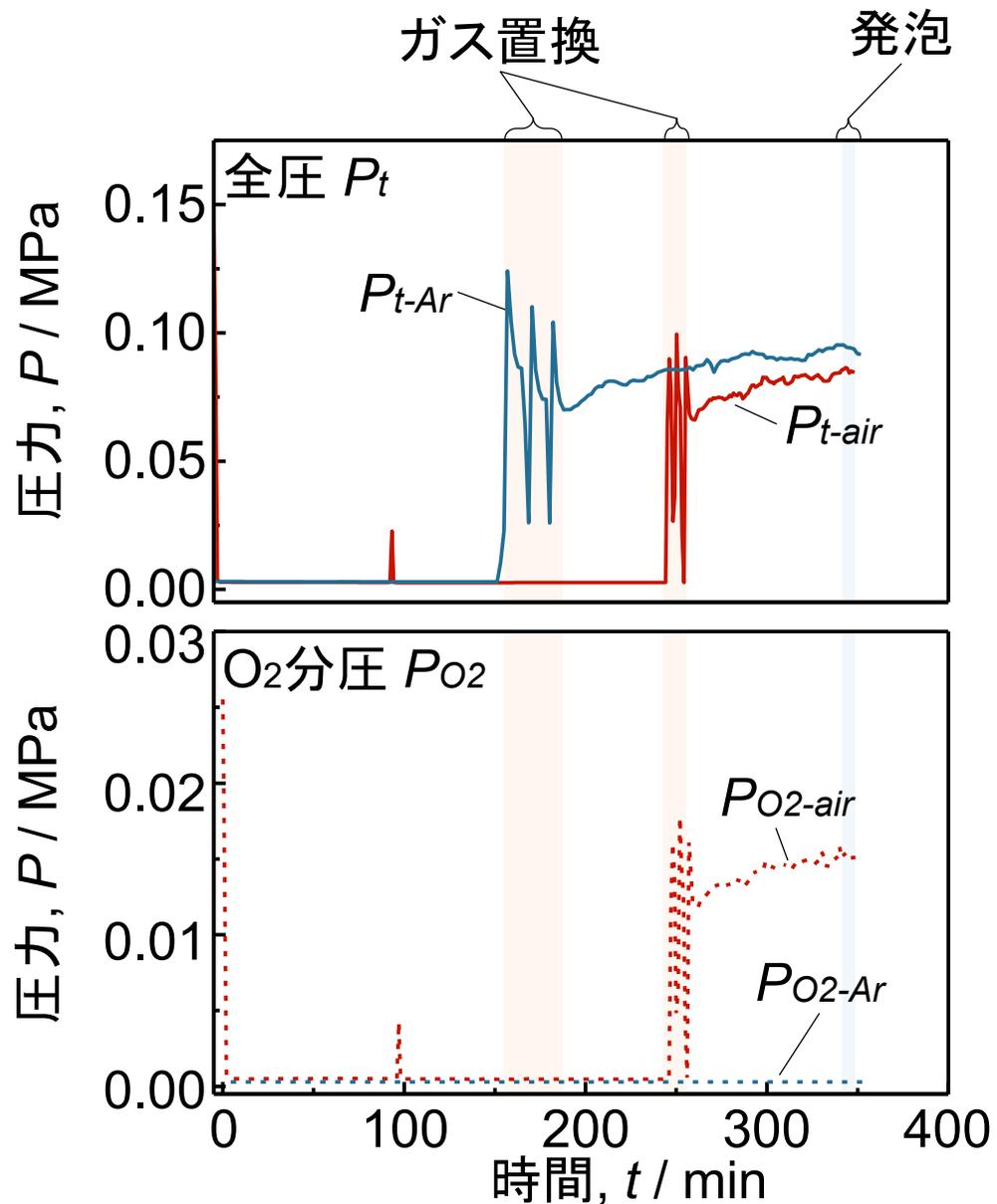
詰まったセル壁の割合:
 $p_{f-b}=0.12$



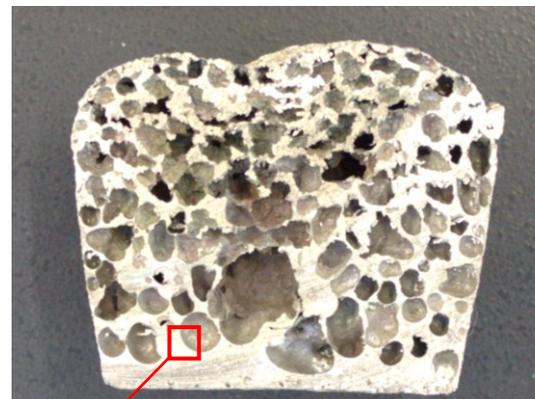


最適範囲は15~35%である。

より高固相率のとき、詰まったセル壁数が増えるので、効率的に発泡体は安定になる。



O_2 濃度 $C=18\%$
気孔率 $p=61.5\%$



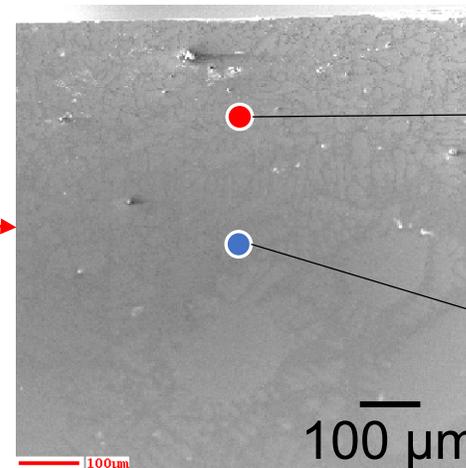
$C=10$ ppm
 $p=51.0\%$



10 mm



光学顕微鏡画像



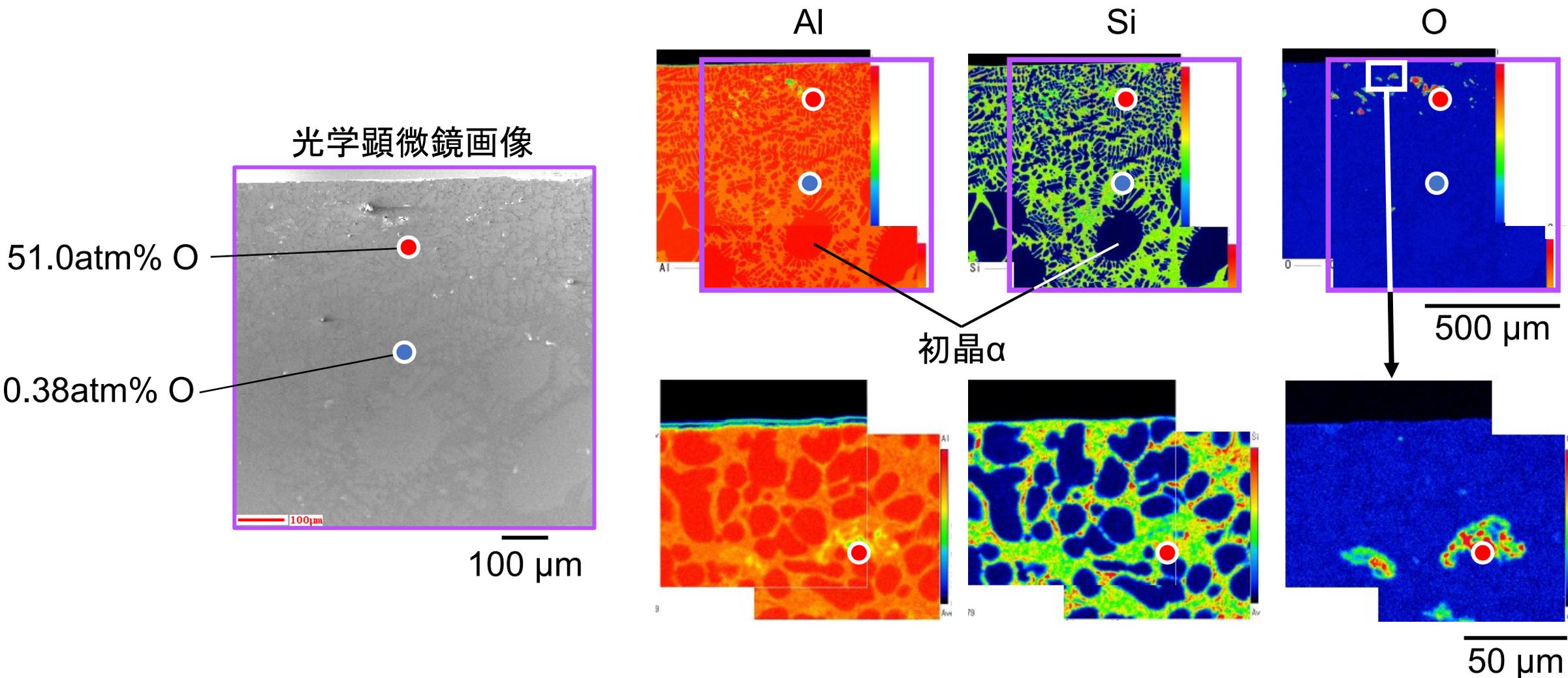
オージェ分光分析より

51.0 atm% O

0.38 atm% O

100 μ m

気孔/セル壁界面



気孔/セル壁界面から200 μmの範囲でAl₂O₃の粒子が観察された。
 作製中の炉内酸素は発泡体の安定性を向上させる可能性がある。

同一作製条件下,
また酸素濃度を変化させた条件下で発泡体を作製し,
以下を明らかにした.

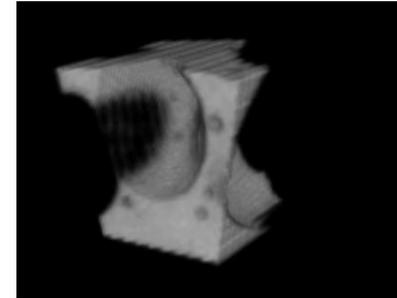
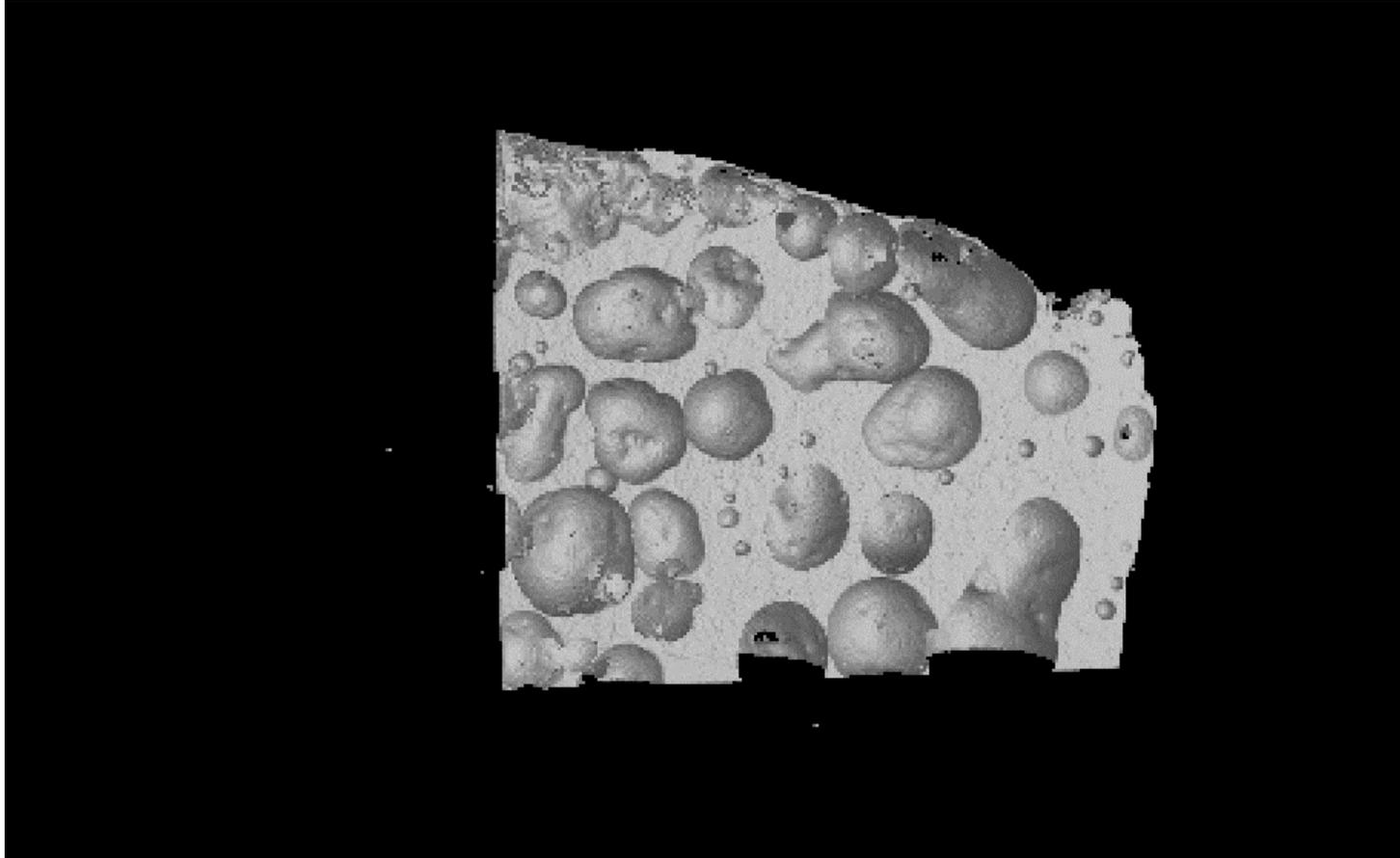
- 安定な発泡体作製に最適な固相率は15%から35%の範囲である.
- 最適な固相率範囲内でも,
より高い固相率のときせき止め効果が効率的に働く.
- 炉内の酸素は発泡体の安定性を向上させる.

目的: セミソリッド発泡法における発泡体の安定化メカニズムを明らかにする.

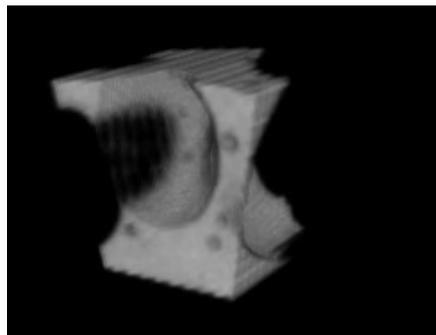
- 発泡体中のセル壁における浸透理論に基づく初晶粒子のせき止め効果
- 安定な発泡体作製における最適な固相率および酸素が安定性に与える影響
- 初晶粒子によって安定になった発泡体内部のセル壁構造
- 総括

安定な発泡体中のセル壁構造を定量的に評価する.

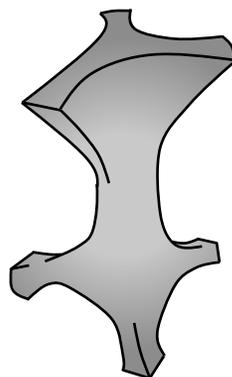
- セル壁構造を定義する新しいパラメーターの提案
(結果のみ)
- 二体分布関数を用いた, セル壁構造の空間的配置の定量評価



3D像



図解



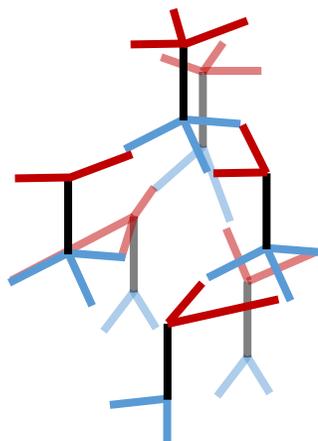
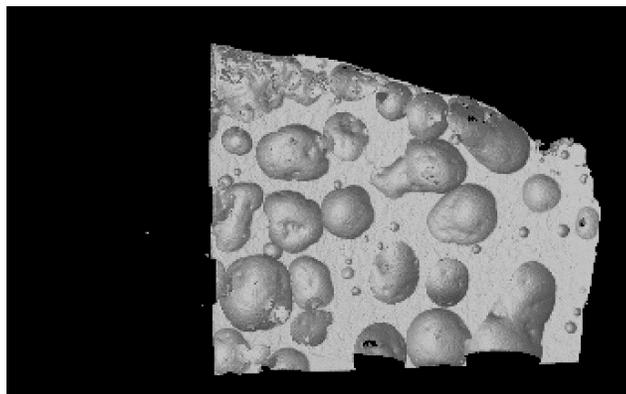
流入 $n_i: 3$

重力方向に平行な排液

流出 $n_o: 3$

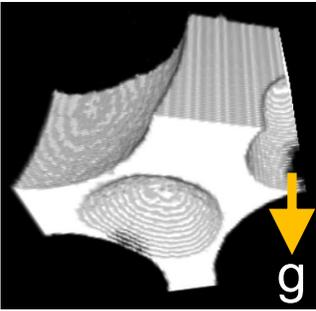
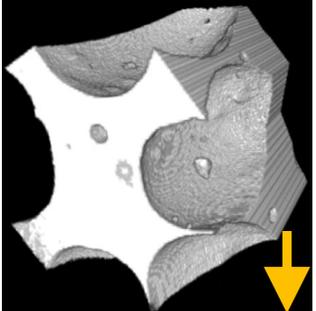
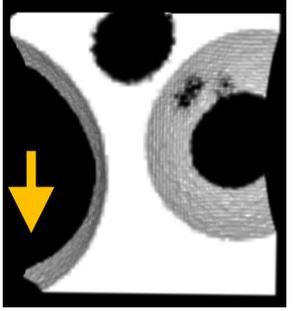
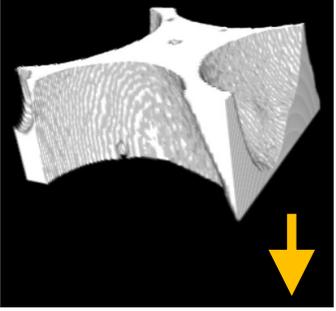
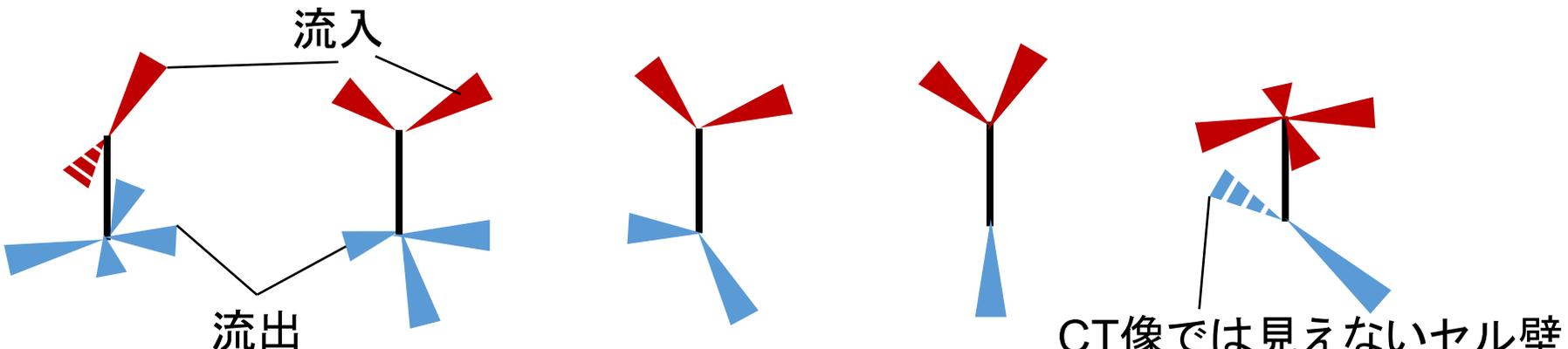
セル壁構造の定義:

$$\delta = n_i - n_o$$



各セル壁構造 δ はお互いに接続している.

二体分布関数による
セル壁構造 δ の配置の定量評価に有用.

δ	-2	-1	0	1	2
CT像					
図解	 <p>流入</p> <p>流出</p> <p>CT像では見えないセル壁</p>				

$-2 \leq \delta \leq 2$ のセル壁が観察された。
 (これらの配置を二体分布関数 $g(r)$ によって評価可能である)

安定な発泡体のセル壁構造について、以下を明らかにした。

安定な発泡体の内部構造を、セル壁の繋がりに着目することで初めて定量的に評価した。

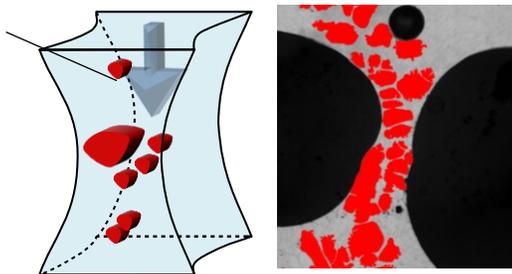
- 新しいパラメーターとして、排液に対する流入出の差をセル壁構造 δ と定義した。
- 大きい δ ほど、安定になりやすい。
- 二体分布関数によると、流入と流出の数量差を補うようにセル壁が配置される。

目的: セミソリッド発泡法における発泡体の安定化メカニズムを明らかにする.

- 発泡体中のセル壁における浸透理論に基づく初晶粒子のせき止め効果
- 安定な発泡体作製における最適な固相率および酸素が安定性に与える影響
- 初晶粒子によって安定になった発泡体内部のセル壁構造
- **総括**

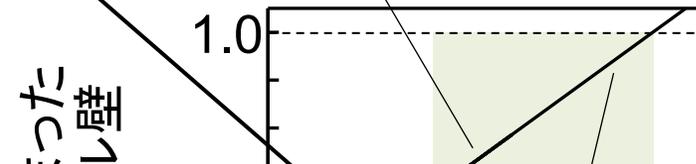
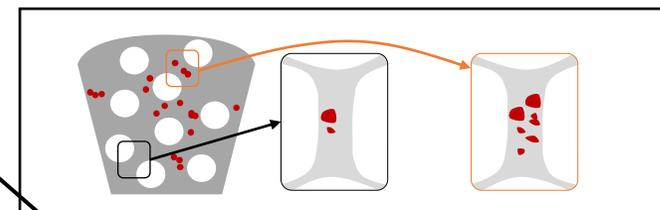
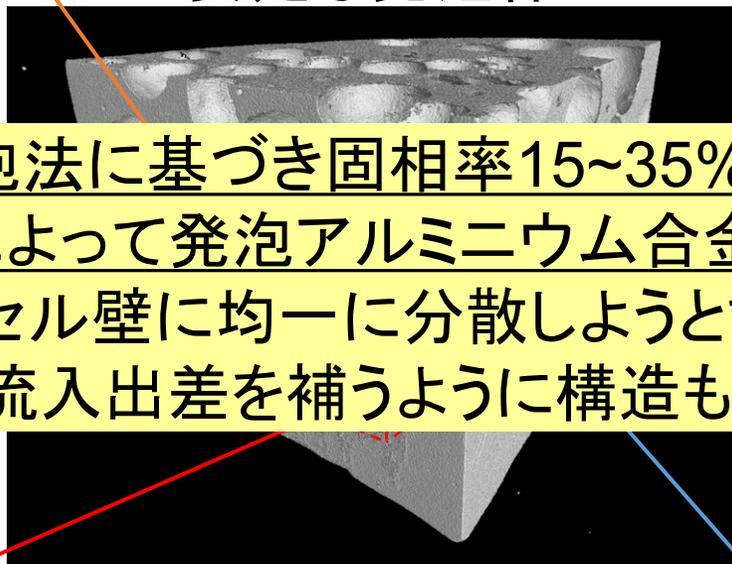
安定 (詰まったセル壁)

排液抑制



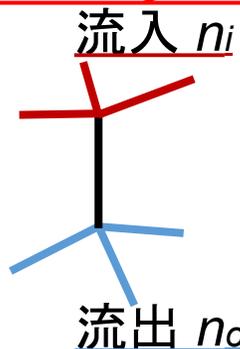
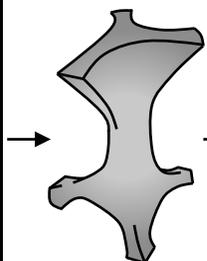
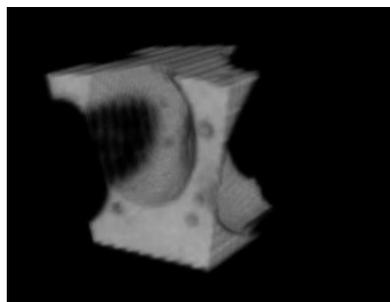
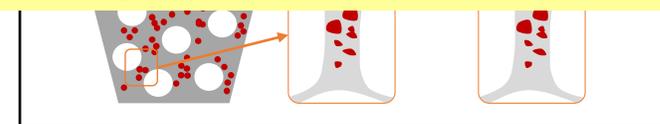
不安定な発泡体

安定な発泡体

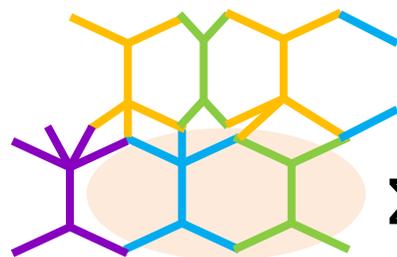


セミソリッド発泡法に基づき固相率15~35%で作製すると、
せき止め効果によって発泡アルミニウム合金は安定になる。

初晶αがセル壁に均一に分散しようとするため、
 お互いの流入出差を補うように構造も変化する。



$$\delta = n_i - n_o$$



$$\sum \delta = 0$$

18% O₂



10 ppm O₂



目的:

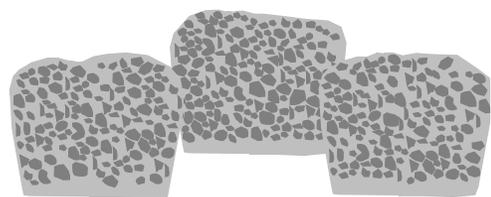
セミソリッド発泡法における発泡体の安定化メカニズムを明らかにする.

1. 浸透理論の適用から,
せき止め効果が発泡体全体の排液を抑制することを定量的に評価した.
2. 最適な固相率は15~35%である.
この範囲内でも, より高い固相率は効率的に排液を抑制する.
3. 炉内の酸素は安定性を向上させる.
4. セル壁構造は, 排液に対する流入出量の差で評価可能である(セル壁構造 δ).

本研究の成果

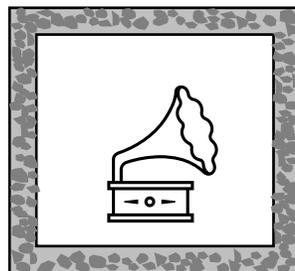


均一性と再現性



安定化メカニズム・最適範囲の解明

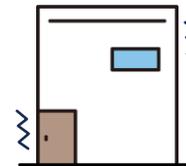
任意の気孔形態を持つ発泡体の作製
→特性試験の実施



[18]



広く利用され、安全な社会へ。



セミソリッド発泡法による発泡アルミニウム合金の汎用性向上

本研究の成果により、セミソリッド発泡法が工業的に利用可能に
→発泡アルミニウム合金による信頼できる社会の構築が期待される。