

高強度と高電気伝導特性を兼備する CNT 単分散アルミニウム基複合材料の開発

Al-CNT composite material with high strength and electrical conductivity

大阪大学接合科学研究所 今井 久志

Joining and Welding Research Institute, Osaka University, Hisashi Imai

1. はじめに

昨今のエネルギー問題に対して、熱・電気エネルギー伝達効率の向上（エネルギー損失の抑制）は重要課題である。特に生産台数が H21 年から H22 年で 2 倍以上になったハイブリットカーや電気自動車に代表される輸送機器では、電気・電子部品点数が増加し、その素材に利用されるアルミニウム（Al）合金の全重量に占める割合が急増している。ヒートシンクや電気接点などに多く利用される Al 合金において、熱・電気伝導性を維持しつつ、高強度化が実現できれば、車載用機器の軽量化率が飛躍的に向上し、省エネルギー化、低炭素化効果が得られる¹⁾。しかし、一般的な Al 合金は、強度と電気伝導率との間にトレードオフの関係にあり、合金元素のみで両立させることは困難である。

本研究においては、軽量かつ高強度を有するカーボンナノチューブ（CNT）²⁾を Al 母相中に均一単分散し、高強度・高電気伝導特性を兼備した Al 基複合材料の開発を目的とした。既往研究では、CNT 分散純 Al 基複合材料にて高強度を達成しているのはごくわずかである。高強度の達成には、CNT の均一分散が必要不可欠であり、凝集を解消する手法が求められる。同時に、拡散・反応によるナノスケール炭化物を介した母相と CNT の冶金学的結合で CNT の真の高強度特性を Al 母相に付与させることが高強度化への第一歩となる。他方、酸化物などの不純物混入を防ぐことで、母相中の電子移動を妨げることなく、電気特性を維持することができる。このように、Al-CNT 界面では強固

な結合を保持すると同時に、CNT の凝集解消や Al 母相純度を低下させないプロセスを導入することで、高強度と電気伝導特性を両立した Al 基複合材料の開発を試みた。本研究成果により得られる材料は、電気伝導率は 1000 系 Al 合金程度の性能を維持しつつ、高強度を保持するため、電極接点の小型化や送電ワイヤーの細線化が可能で、製品全体の軽量化ならびに資源使用量の削減が期待できる。従来、銅合金の部材で利用されていた分野に参入することが見込まれ、輸送機器などの分野で飛躍的な省エネルギー化が期待される。

2. 実験方法

供試材料として、母相には純 Al 粉末（平均粒子径 150 μm 高純度化学研究所）、CNT には Multi-wall CNT（MWCNT VGCF 昭和電工）を用いた。MWCNT の SEM 観察結果を図 1 に示す。供試材では同図 (a) のように 20 ~ 50 μm の凝集体を形成している。アルミニウム粉末および MWCNT を秤量した後プラスチックボトルに、アルミナメディアボールを、粉末とボール重量比 10:1 の割合で投入し、ロッキングミル（RM-5 セイワ技研）600rpm、14.4 ks の条件で混合し、複合粉末とした。複合粉末の SEM 観察結果を図 1 (b) に示す。図 1 (a) に示された凝集は解消されており、粉末表面に分散付着していることが確認された。なお、一部粉末の凹凸形状により数 μm 程度の凝集が確認された。

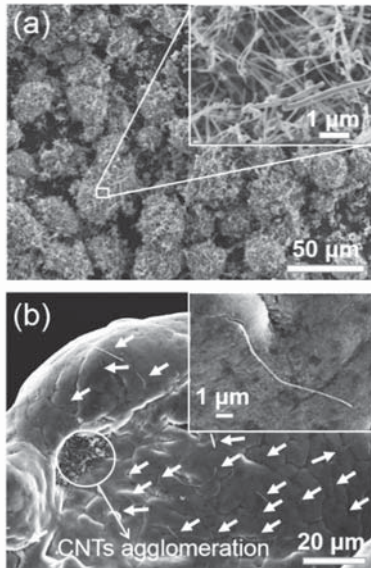


図 1

複合粉末は放電焼結機（SPS SPS シンテックス）で、加圧力 30MPa、焼結時間 1.8ks、焼結温度 823K の条件下で焼結を行った。複合粉末焼結体は、2000kN プレス試験機（SHP-200-450 柴山機械）に組み込んだ押出金型によって押出加工を施した。まず、焼結体を赤外線急速加熱炉（SSA-P610CP アルバック理工）にて昇温速度 2K/s、アルゴンガスフロー中で 773K まで加熱し 180s 保持した後、直ちに押出加工を行った。押出比 12、押出速度 0.5mm/s で、Φ 12mm の押出材を得た。押出材の機械的特性調査には、引張試験機（Auto graph 島津製作所）を用い、ひずみ速度 5.0×10^{-4} /s にて試験を行った。母相と CNT 界面の構造解析には透過型電子顕微鏡（TEM JEM-2010, JEOL）を用いた。また、CNT の強化挙動の確認のため、SEM 内引張試験機（FE-SEM, JEM-6500F, JEOL および TSL 社 SEM 内引張試験機）により、材料破断中の CNT 破壊挙動について観察を行った。

3. 実験結果

MWCNT および押出材中の CNT と母相の界面における TEM 結果を図 2 に示す。供試材料である MWCNT 中には約 30 層分の欠陥個所が存在することが確認できた。一般的に完全なる MWCNT を作製することは困難であるとさ

れており、図に示すような欠陥個所は多く存在する^[3]。押出材中の MWCNT と母相間の結合状態を確認すると、同図 (b) のような界面が正常な個所ならびに、同図 (c) に示すようなアルミニウム炭化物を形成する箇所が存在した。この炭化物形成は、上述の欠陥個所との反応によるものと考えられる。また、上述の炭化物が形成されることで、CNT と Al 母相との間には強固な結合が存在するようになり、複合材全体の強度を担保するものと考えられる。

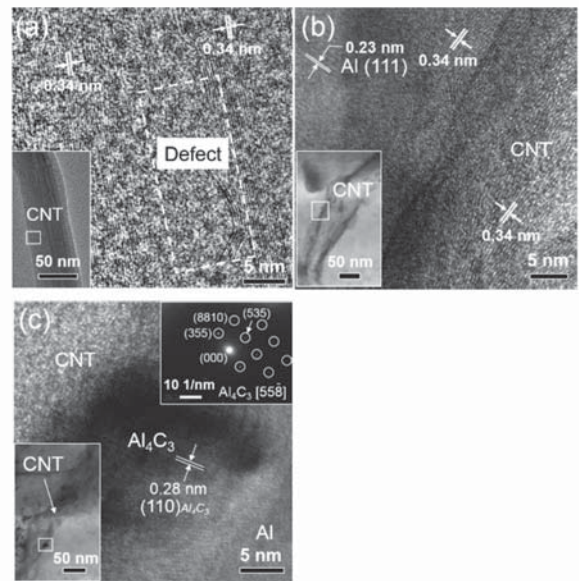


図 2

図 3 に引張試験の結果を示す。0.6 mass% の MWCNT を添加した複合材料は、最大応力 (UTS) 121 MPa、0.2% 耐力 (0.2% YS) 113 MPa を示し、純 Al 粉末のみを利用した粉末押出材に比べて、それぞれ、10%、20% 増加した。複合粉末押出材の伸びは、純 Al 粉末押出材より低下するが、20% 以上を保持し 2 次加工性にも優れる材料であることが確認された。なお、MWCNT 添加量が 0.2 mass% 以下では純 Al 粉末と同等の機械的性質を保持する。すなわち、本実験条件において、0.2 mass% 以下の MWCNT 添加では効果が低いと考えられる。一方、1.0 mass% 添加材では内部に MWCNT の凝集体が残存し、強度伸びともに、低下することが確認された。電気伝導率は、純 Al 粉末押出材で 58 IACS%、0.6 mass% MWCNT 添加複合粉末押出材で 50 IACS% を示した。

MWCNT 添加および複合粉末作製中での不純物混入は少ないものと考えられる。

結晶粒径を測定した結果、複合材料は $2.9 \mu\text{m}$ 、純 Al 粉末押出材は $3.8 \mu\text{m}$ となり、MWCNT を複合することにより結晶粒微細化の効果があつたと伺える。他方、酸素分析の結果では、純 Al 粉末押出材、 0.6 mass\% MWCNT 複合粉末押出材は、それぞれ $0.22 \pm 0.03 \text{ mass\%}$ 、 $0.23 \pm 0.04 \text{ mass\%}$ であり酸化物の分散による強度向上効果は極めて小さいと同時に、電気伝導率の結果にも示される通り、複合粉末作製時に混入する不純物量も少ないものと考えられる。

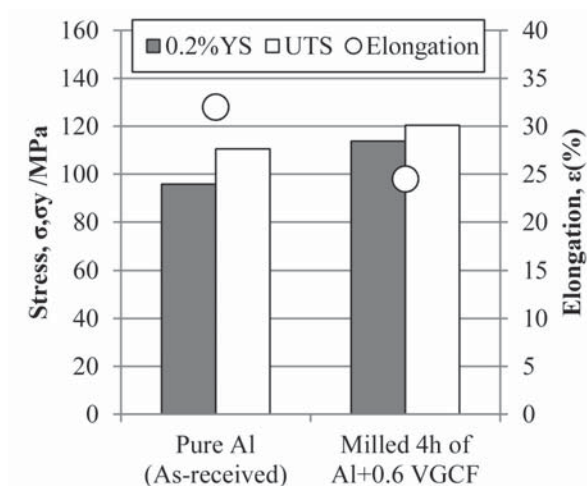


図 3

次に、MWCNT の分散による強化について検討した。図 4 に SEM 内引張試験により観察された複合材料の引張破断付近の MWCNT 観察結果を示す。破断内部に存在する MWCNT は最外層が母相から抜け落ちるのではなく、MWCNT より破断し、内層部が残存している様子が確認された。図 2 に示した通り、最外層の欠陥部分では Al 母相との反応により炭化物を形成している。本研究にて検討した複合材料作成条件では、焼結および押出加工中に MWCNT と Al 母相は炭化物形成によって強固な結合を有し、MWCNT の強化作用が複合体全体の強化作用に反映されたものと考えられる。

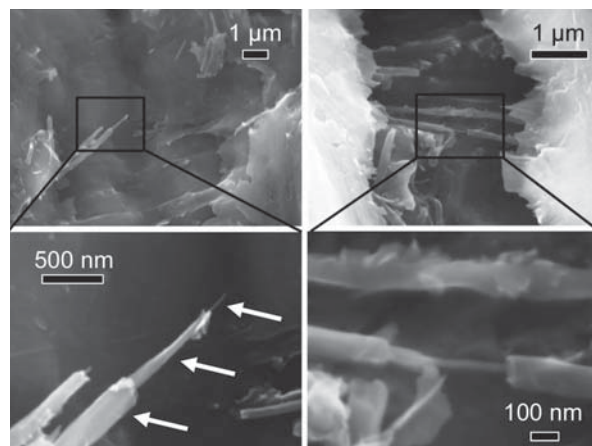


図 4

4. まとめと今後の展開

本研究において、CNT の単分散を確保し、母相との強固な結合状態を有することで、複合材料は高強度を発現することが明らかとなった。また、電気伝導率は 50 IACS% 以上を保持し、十分な電気伝導性を確保する結果となった。粉末の粒径制御や酸素量のコントロールによって、CNT 添加量を増加しつつ電気伝導率を確保することが可能であると考えられ、更なる高強度・電気伝導特性を保持する Al 基複合材料の創製が期待できる。

謝辞

本研究の成果は、公益財団法人京都技術科学センターの平成 25 年度研究開発助成金によるものであり、感謝申し上げます。

参考文献

- [1] S.R. Bakshi, D. Lahiri, A. Agarwal, *Inter. Mater. Rev.* 55 (2010), 41.
- [2] E.W. Wong, P.E. Sheehan, C.M. Lieber, *Science* 277 (1997) 1971.
- [3] S.R. Bakshi, Arvind Agarwal, *Carbon* 49 (2011) 533.