

藤森科学技術振興財団  
研究実施概要報告書

(西暦) 2024年5月30日

公益財団法人藤森科学技術振興財団  
理事長 藤森 明彦 殿

藤森科学技術振興財団の助成金による研究が終了しましたので、下記のとおり報告をいたします。

所属機関 東北大学大学院工学研究科

職 名 准教授

氏 名 周 偉偉



【提出書類】

(1) 研究実施概要報告書 (本紙)

添付書類 (A4 版 3 枚以内) : 研究状況を示す写真等の資料

(2) 収支報告書

添付書類 : 助成金を充当した経費の領収書

領収書を添付しない場合 : 支払一覧表と支払部門担当者確認署名

(1) テーマ

※スペースが足りない場合は、

枠を追加いただいて構いません。

高強度と高導電率を両立する MXene/Al 基複合材料の作製と界面制御

(2) 本研究の期間

(西暦) 2023 年 4 月 ~ 2024 年 3 月

(3) 本研究の目的

アルミニウム (Al) は良好な電気伝導率を有し、軽量で低コストであるため、導電材料として非常に有望であるが、機械的性質の信頼性は十分とは言えない。そのため、新規 Al 合金の開発に加え、強化相を導入した Al 基複合材料 (Aluminum Matrix Composite: AMC) の開発が行われている。Al を強化するために使用するセラミック粒子は優れた機械的特性を備えているが、電気伝導性が低いため、複合材料の電気伝導性や熱伝導性が低下する傾向がある。また、ナノカーボン材料 (カーボンナノチューブ、グラフェンなど) は優れた機械・電気的特性を持つものの、化学活性が高いため Al と容易に反応し、本質的な機械的・電気的特性が失われるため、その添加効果には限界がある。

一方で、MXene は新しい二次元材料として注目されている。グラフェンのような形態をもち、大きな比表面積、優れた機械的・電気的特性を持つため、エネルギー貯蔵、触媒作用、電磁波吸収・遮蔽、複合強化材など多くの用途で極めて有望である。最も研究されている  $Ti_3C_2T_x$  のような MXene は、Ti 末端(0001)表面を持つ六方最密充填構造を有しており、金属と直接、あるいは圧密時に表面酸素原子を介して強固に接触する可能性がある。さらに、MXene は化学的に安定しており、熔融 Al と接触しても反応は起こらない。金属終端表面、高い熱安定性、および卓越した機械的性能の組み合わせにより、MXene は次世代軽量材料にとって魅力的なナノフィラーとなる。

近年では、MXene/ポリマー複合材料の製造が進められており、ポリマーの機械的・電気的特性を向上させることで MXene の優位性が証明されているが、金属複合材料における MXene の強化挙動はまだ解明されていない。本研究の主な目的は、MXene を強化材として使用することにより、高強度かつ高導電性の Al 基複合材料を開発することである。二次元の MXene をヘテロ凝集法、放電等離子焼結、熱間押出の組み合わせによりマトリックス中に添加する。MXene/AlSiMg マトリックス複合材料の微細構造、機械的特性、電気伝導度を調べ、機械的性能と微細構造の観察に基づいて MXene の強化メカニズムを明らかにし、MXene/Al 複合材料の導電体としての実現可能性を確認する。

#### (4) 本研究の概要

二次元構造、親水性表面、優れた機械的・電気的特性の組み合わせにより、MXene は次世代複合材料にとって魅力的なフィラーとなっている。近年では、MXene/ポリマー複合材料の製造が進められており、ポリマーの機械的・電気的特性を向上させることで MXene の優位性が証明されているが、金属複合材料における MXene の強化挙動はまだ解明されていない。

本研究では、ヘテロ凝集法と粉末冶金法により、機械的性能を大幅に向上させた金属基複合材料に個々の MXene を組み込むことに成功した。MAX 相から Al 原子層を選択的にエッチングすることにより数層の  $Ti_3C_2T_x$  プレートレットを作製し、水溶液中に静電引力下で Al 粉末と均一に混合した。放電プラズマ焼結と熱間押出しによって緻密化した後、 $Ti_3C_2T_x$  プレートレットは Al の塑性流動下で押出し方向に沿ってマトリックス中に整列した。TEM 観察から明らかなように、 $Ti_3C_2T_x$  は AlSiMg マトリックスに強固に結合しており、効率的な界面荷重伝達を実現した。その結果、MXene を 0.45 wt% 添加するだけで、AlSiMg 合金の引張強度(UTS)を 20% 向上させることができた。この研究により、MXene が効果的な強化材として利用できることが実証され、実用的な用途に向けた高性能 AMC の製造に新たな可能性が示された。

#### (5) 本研究の内容及び成果

図 1a に示すように、AlSiMg 粉末と MXene は水中で良好な分散性を示した。混合後、すべての粉末はビーカーの底に沈殿した (図 1b)。

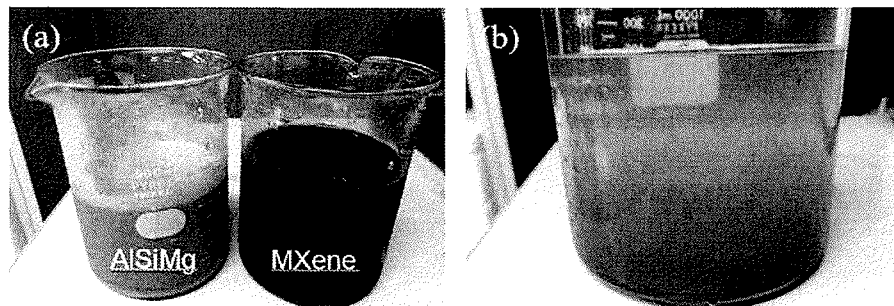


図 1: 混合(a)前、(b)後の AgSiMg/MXene 分散液。

図 2 に、作製した MXene/AlSiMg 複合粉末の外観を示す。数層 MXene の柔軟性のおかげで、SEM 観察下で Al 粒子上のクランプやエッジから MXene シートを直接観察することができた。その結果、MXene シートが凝集することなく、Al 粉末の表面をしっかりと覆っていることがわかった。このヘテロ凝集プロセスは、複合材料粉末の分散問題を解決するだけでなく、金属マトリックス複合材料を強化するための MXene の優れた固有特性の特徴も維持することも注目値する。

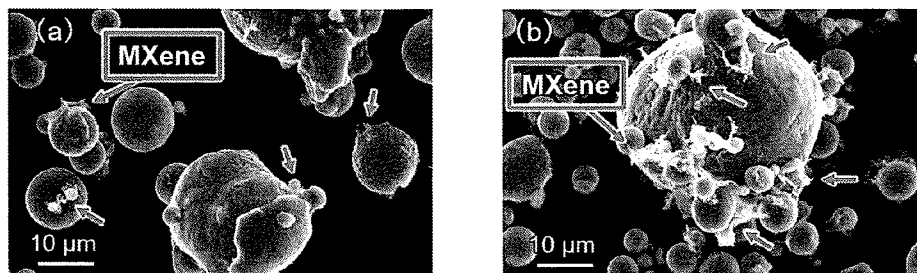


図 2: 作製した AlMgSi/MXene 複合粉末の SEM 画像,  
(a) AlSiMg/0.15 wt.%MXene, (b) AlSiMg/0.45 wt.%MXene。

この複合材粉末を 500°C で 20 分間放電プラズマ焼結することにより、緻密な複合材を得た。SEM および TEM 分析により、MXene は AlSiMg マトリックス中に十分に分散していることが明らかになった。MXene は高温焼結後もその数層構造を維持することが分かった。MXene の明らかな凝集は観察されなかった。EDS 分析では、MXene の近傍に Mg と O の高い濃度が見られた。これは、界面に Mg 酸化物が形成されていることを示しており、MXene と AlSiMg マトリックスとの界面結合が強化されている可能性がある。

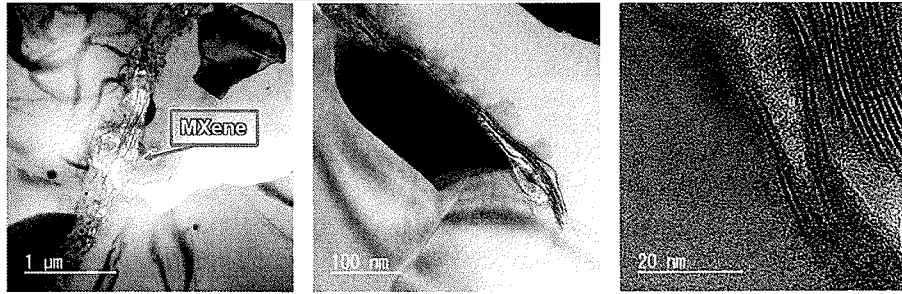


図 3: 作製した AlMgSi/0.2 wt%MXene の SPS 焼結体の TEM 画像

図 4a に示す引張試験の結果には、MXene 添加による AlSiMg の極限引張強さ (UTS) の有意な増加を示した。純 AlSiMg 合金の UTS は  $183 \pm 2.6$  MPa であった。0.45wt%MXene を添加した複合材料の UTS は  $218 \pm 5.7$ MPa に増加した。これは純 AlSiMg と比較して 20%の増加を示している。しかし、延性は 8.2%までに低下した。

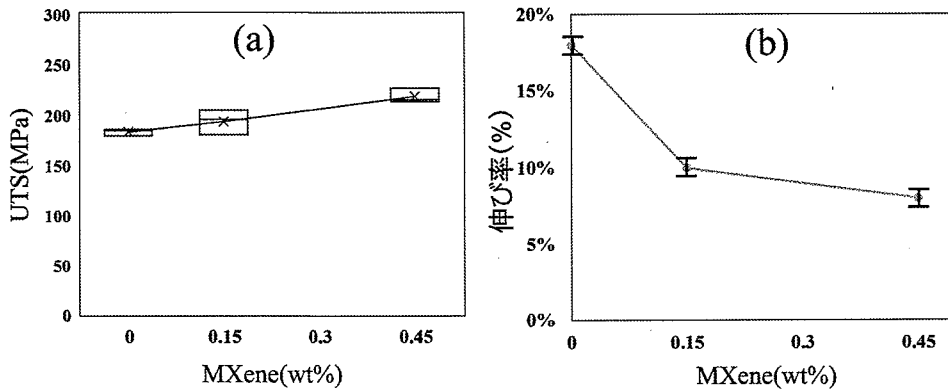


図 4: MXene の添加量と(a)UTS, (b)伸び率の関係。

電線への応用を考慮し、純 AlSiMg および MXene/AlSiMg 複合材料の室温での電気伝導率を測定したところ、表 1 に示すとおりであった。MXene の添加により、AgSiMg マトリックス複合材料の導電率は 46%IACS から 50.5%IACS にわずかに増加した。これは、MXene の優れた導電性によるものと考えられる。

表 1: 電気抵抗率と電気伝導性

	電気抵抗率( $\Omega \times m$ )	%IACS
純 AlMgSi	$3.74 \times 10^{-8}$	46.1%
0.15 wt.% SPS 焼結体	$3.48 \times 10^{-8}$	49.6%
0.45 wt.% SPS 焼結体	$3.42 \times 10^{-8}$	50.5%

## (6) 本研究の考察

### 1. MXene/AlSiMg 混合粉末の均一分散

エッチングを用いて  $Ti_3AlC_2$  (MAX 相) から MXene ( $Ti_3C_2$ ) を合成し、その後超音波処理を行い、数層の MXene フレークを得た。XRD の結果から、 $Ti_3C_2T_x$  では (104) ピークが消失し、(002) ピークが低い角度にシフトしたことが示され、 $Ti_3AlC_2$  から Al 原子層が除去され、層間距離が増加した  $Ti_3C_2T_x$  が形成されたことが示唆された。XPS および TEM-エネルギー分散型分光法 (EDS) 分析によって示されるように、 $Ti_3C_2T_x$  プレートレットには、-F、-OH、または=O に相当する表面末端官能基が豊富に装飾されていた。

これらの官能基が豊富にあるおかげで、MXene は -45 mV という大きなゼータ電位を示し、これは MXene の剥離と水中での分散に十分である (図 1a)。ガスアトマイズした AlSiMg 粉末の表面には極薄の  $Al_2O_3$  層が存在するため、粉末は正に帯電し、反発的に分散して安定な水性コロイドを形成した。そのため、この 2 種の粉末を混合すると、相互の静電的な相互作用により自然に集合し、ビーカーの底に沈降した。この場合、均一な MXene/AlSiMg 粉末を得ることができた。

### 2. MXene/AlSiMg 複合材料の強化挙動

数層の MXene を AlSiMg マトリックス中に組み込むことで、複合材料の機械的特性が著しく向上することが示された。この強化メカニズムにはいくつかの要因が考えられる：

第一に、マトリックス粉末中によく分散した MXene が全体的な性能に寄与している。ヘテロ凝集法によって、個々の MXene は Al 合金粉末に付着した。

第二に、MXene は複合材料の高密度化後に、その層状構造を保持した。したがって、MXene の数層構造は強化に寄与し、高い負荷能力を示した。

最後に最も重要なことは、効果的な界面結合である。一般的に、Al と MXene 間の界面濡れ性は悪いと言われている。MXene と Al 間の界面荷重伝達効率を効果的に改善することが、複合材料研究の重要なポイントであった。本研究では、Mg 酸化物の形成により、MXene とアルミニウムマトリックス間の強固な界面結合を実現した。これにより、マトリックスから MXene シートへの効果的な荷重伝達が可能になった。

本研究において、AlSiMg/MXene 複合材料は、高い導電性を維持しながら機械的強度を大幅に向上させた。これにより、AlSiMg/MXene 複合材料は、自動車や航空宇宙産業など、高強度と良好な導電性の両方を求められる用途に適している。

結論として、アルミニウム基複合材料における強化材としての MXene の可能性を実証することに成功した。将来的には、複合材料の特性をさらに向上させるために、MXene の含有量と加工パラメーターを最適化することが検討される。

(7) 共同研究者（所属機関名、役職、氏名）

東北大学大学院工学研究科 教授 野村直之

東北大学大学院工学研究科 特任研究員 周 振興

(8) 本研究の成果の公表先

Weiwei Zhou, Zhenxing Zhou, Riku Otsuki, Naoyuki Nomura, Enhanced mechanical performance and electrical conductivity of MXene-added AlSiMg matrix composites, To be submitted

[注] この報告書を当財団のホームページ等に掲載します。予めご了承ください。