

平成 30 年 6 月 25 日現在

機関番号：15401

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K05678

研究課題名(和文)形状自由度を考えたハイブリッド含浸反応法による粒子分散金属基材料の設計指針の開発

研究課題名(英文) Development of a design guideline of the particle dispersion metal matrix material by the hybrid infiltration/reaction method with considered the shape desing of freedom

研究代表者

崔 龍範 (Choi, Yongbum)

広島大学・工学研究科・助教

研究者番号：00457269

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,800,000円

研究成果の概要(和文)：反応時間300s, 圧力：0.4MPa, 溶湯温度973Kの製造条件下、微細な金属間加工物は母材内部に均一に分散されていた。金属間化合物の数は、反応時間が短いと金属間加工物の数は増えていた。しかし、平均面積は反応時間が短いと減る傾向になった。その理由としては反応時間が増えると金属間化合物は壮体化された。微細な金属間化合物が分散されている条件ビッカース硬さと曲げ強度は198Hv, 238 MPaであり、最も高い機械的特性を得られた。同条件での複合材料の熱伝導率は112.53W/mKであり、上の結果からすると、軽量化、高強度、高熱伝導率を有する複合材料の作製が可能になった。

研究成果の概要(英文)：Fine intermetallic compounds were homogeneously dispersed inside the matrix for when the reaction time was 300 s (applied pressure of 0.4 MPa, temperature of molten alloy, 973 K. The counts of the intermetallic compounds, showed an increasing trend with decreasing reaction time (300 s) for the same area analysis. The average area of the intermetallic compound showed a decreasing trend with decreasing reaction time. The vickers hardness and flexural strength of the composite obtained at a reaction time of 300 s are 198.8 Hv and 239.5 MPa, higher than that obtained under the other fabrication conditions. The thermal conductivity of the intermetallic-compound-reinforced composite is 112.53 W/mK, which is higher than the thermal conductivity observed for the composites fabricated at a reaction time of 60 s and 600 s. However, the thermal conductivity of the composite was almost similar to that of the matrix, A366 alloy.

研究分野：複合材料

キーワード：複合材料 金属間化合物 機械的特性 熱的特性 製造プロセス

1. 研究開始当初の背景

社会の発展に貢献する大きな要素のひとつとして「材料の性能向上」がある。金属材料では鉄や鋼、アルミニウムなど、その他の材料ではプラスチックやカーボン材料などあらゆる材料の性能向上が求められ研究が進められている。このように研究開発された材料は航空宇宙産業や自動車産業、また私たちの生活に密接に関わる身近な製品にも使用されている航空宇宙産業や自動車産業をはじめとする機械や装置における省エネルギー高効率化を目指し、大幅な軽量化が望まれている。そこで軽量でありながら剛性などの機械的特性に優れた材料の開発が促進されている。

このような社会情勢の中で、軽金属であり工業的に比強度に優れたアルミニウム合金の需要が高まってきている。アルミニウム合金の特徴は、比重が鉄の3分の1程度と低比重であり、加工性、熱伝導性などの面で鉄系材料より優れた特性を持っており、建築材料、自動車、航空宇宙産業、家庭用品にも幅広く使用されている。自動車産業においては、自動車の一部やエンジンブロック、エンジンピストンにアルミニウムを用いる例がある。しかし、このような優れた特性を持つ一方、剛性や耐摩耗性の面では鉄鋼系材料と比べると劣っており、例えば自動車のブレーキディスクやシリンダーブロックの摺動部などの耐摩耗性能が求められる部分に代替することができないといった問題がある。構造部材は通常、弾性変形の範囲内の荷重条件で使用される。鉄鋼系材料の縦弾性係数が約 200MPa に対してアルミニウム合金は 70~90MPa 程度であり、同等の荷重条件を満たす形状を得るには製品の体積を増加させる必要があり、軽量化を目的とする上で矛盾が生じてしまうのが現状である。

2. 研究の目的

比表面積の異なる 4 種のニッケル多孔体 (Fig.1) とアルミニウム合金を用い、含浸反応法により Al_3Ni 粒子分散強化アルミニウム合金基複合材料を作製し、使用する Ni 多孔体の比表面積の違いが複合材料の組織や空孔率に与える影響を組織観察の画像分析により調査した。分析内容は、アルミニウム合金とニッケルの反応により生成される金属間化合物 Al_3Ni の粒子サイズ、面積率及びアスペクト比である。また、複合材料中の空孔率の低減を狙い多段階加圧含浸反応法を行い、作製した複合材料に対して、硬度試験、熱特性評価を行った。

3. 研究の方法

低圧含浸法を用いてニッケル多孔体内部に溶湯アルミニウムを浸し、その後一定時間保持し、ニッケルとアルミニウムによる化学反応を起こさせることで金属間化合物

Al_3Ni を母材中にその場生成させ、その後冷却を行うことにより金属間化合物分散強化複合材料を作製した。

実験条件は、含浸加圧力 0.1MPa、温度 973K、炉冷、大気中で行い、反応時間を 60、180、300、420、600s と変化させ複合材料の作製を試みた。反応時間を変化させることにより、溶湯アルミニウムとニッケル多孔体の界面での接触、反応時間が変化する。そのため、のため、複合材料中に生成される Al_3Ni の生成量や粒子サイズ、粒子形状、 Al_3Ni の分散形態に変化が見られると考えられる。反応時間が長くなるにつれ、 Al_3Ni の生成量は多く、粒子は粗大化していくと考えられる。このことから、反応時間が複合材料の組織に与える影響を調査した。各条件での複合材料の組織を SEM により観察した。

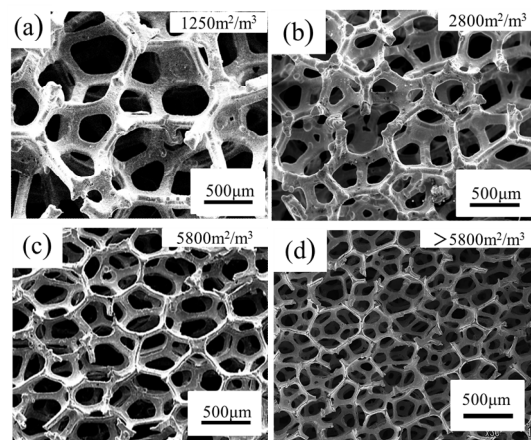


Fig 1. SEM images of porous Ni preform specific surface area: (a)1250m²/m³, (b)2800m²/m³, (c)5800m²/m³, (d)>5800m²/m³.

硬度試験

比表面積 2800 m²/m³ のニッケル多孔体を用い加圧力 0.1MPa、溶湯温度 973K、反応時間 600s、炉冷、大気中により作製した複合材料中の Al_3Ni 及び母材に対して全体硬さ測定のため、ロックウェル硬さ(A スケール)試験を行った。

比熱、熱伝導率測定

比表面積 >5800m²/m³ のニッケル多孔体、反応時間 300s の複合材料を用い、レーザーフラッシュ法により比熱、熱伝導率を測定した。試料のサイズは直径 10.0mm、厚さ 1.5mm に加工を行った。

4. 研究成果

4.1 $Al_3Ni_p/AC8A$ 合金基複合材料の微組織に及ぼす Ni 多孔体比表面積の影響

比表面積 1250、2800、5800、>5800 m²/m³ のニッケル多孔体を用い、加圧力 0.1MPa、温度 973K、反応時間 600s、炉冷、大気中の条件により作製した 4 種の $Al_3Ni_p/AC8A$ 合金複合材料の組織観察結

果を Fig.2 に示す。

比表面積 $1250 \text{ m}^2/\text{m}^3$ (Fig.2(a))においては、母材である AC8A 合金中に Al_3Ni 粒子と未反応 Ni が存在する。 Al_3Ni はニッケル多孔体と溶湯アルミニウムの反応より生成され、複合材料中に存在する Ni は、ニッケル多孔体と溶湯アルミニウムの反応が十分に進行せず、多孔体骨格部分が残留した部分(以下、未反応 Ni)であると考えられる。

Fig.2(b), (c), (d)では、 Al_3Ni の粒子状、針状に観察された。本実験条件では、比表面積の大小に関わりなく、ニッケル多孔体と溶湯アルミニウムを含ま浸反応法により複合化することで、粒子分散強化複合材料の作製が可能であることが分かる。

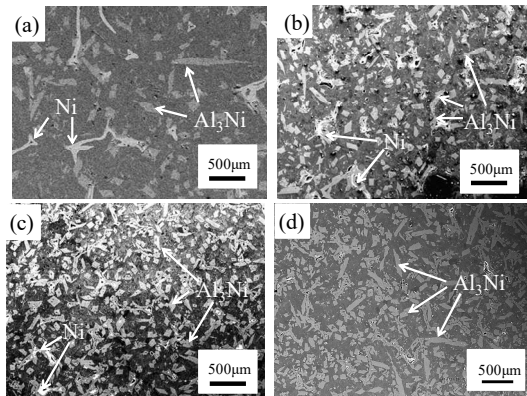


Fig. 2 Microstructures of $\text{Al}_3\text{Ni}_p/\text{AC8A}$ alloy composites, specific surface area of porous Ni : (a)1250, (b) 2800, (c)5800 and (d)>5800 m^2/m^3 .

4.2 $\text{Al}_3\text{Ni}_p/\text{AC8A}$ 合金基複合材料の微細組織に及ぼす反応時間の影響

比表面積 $>5800 \text{ m}^2/\text{m}^3$ のニッケル多孔体を用い、反応時間を 60、180、300、420、600s と変化させ作製した $\text{Al}_3\text{Ni}_p/\text{AC8A}$ 合金複合材料の組織観察結果を Fig.3 に示す。含浸加圧力は 0.1MPa 、温度 973K 、炉冷、大気中である。Fig.3(a)において、濃灰色の部分は母材である Al、薄灰色部分は Al_3Ni 、白色部分は Ni である。反応時間 60s の場合、アルミニウムとニッケルの反応が十分に進まず、ニッケル多孔体の骨格が残留しており、 Al_3Ni 粒子の分散が十分に進行していないことが分かる。反応時間 180s(Fig.3(b))では、アルミニウムとニッケルの反応が進行し、未反応 Ni の減少、 Al_3Ni の生成、分散が進んでいることが確認できる。さらに、反応時間 300s (Fig.3(c))では Al-Ni 反応がさらに進行し、未反応 Ni は見受けられず、微細な Al_3Ni 粒子が母材である AC8A 合金中に均一に分散した複合材料となる。しかし、反応時間が 420(Fig.3(d))、600s(Fig.3(e))と長くなると、生成された Al_3Ni 粒子が針状、粗大になり、粒子数が減少している。これは、反応時間超過により Al_3Ni 粒子の粒成長が進行してしまったため、 Al_3Ni 粒子が近傍の粒子と衝突合体

を生じたためであると考えられる。また、反応時間が長くなるにつれ、内部に生成、分散された微細な Al_3Ni 粒子が粗大化したと考えられる。また、Fig.3(f)に AC8A 合金中に含まれる Ni と Al により生成される初晶 Al_3Ni である。初晶 Al_3Ni は Ni 多孔体の比表面積、反応時間によらずほぼ同量が生成される。以上の結果から、比表面積 $>5800 \text{ m}^2/\text{m}^3$ のニッケル多孔体を用い、反応時間 300s、含浸加圧力 0.1MPa 、温度 973K 、炉冷、大気中により作製した $\text{Al}_3\text{Ni}_p/\text{AC8A}$ 合金複合材料(Fig.3 (c))が、最も微細な Al_3Ni 粒子を母材中に均一に分散させた最適な複合材料である。

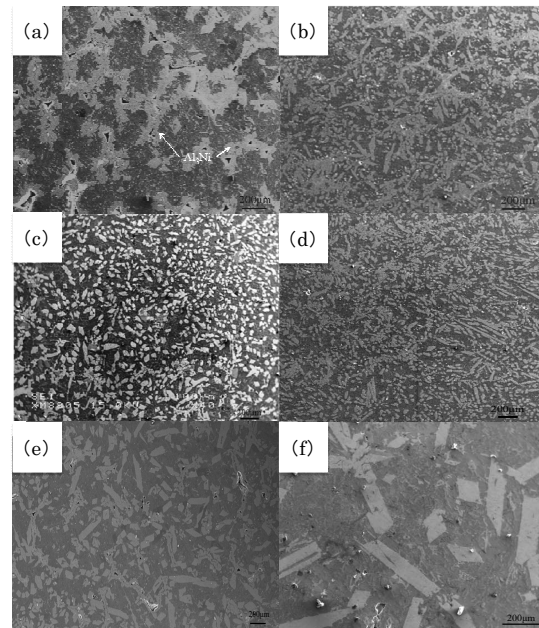


Fig. 3 Microstructures of $\text{Al}_3\text{Ni}_p/\text{AC8A}$ alloy composites, reaction time are (a)60, (b)180, (c)300, (d)420, (e)600s and (f) Primary phase.

4.3 Al_3Ni の粒子数及び気孔率

比表面積 $>5800 \text{ m}^2/\text{m}^3$ のニッケル多孔体を用い反応時間 300s で作製した微細分散強化複合材料の組織画像(Fig.3(c))に対して、 Al_3Ni の粒子数測定を行った。結果を Fig.4 に示す。Fig.4(a)は縦軸を Al_3Ni 粒子のカウント数、横軸を使用したニッケル多孔体の比表面積としたグラフである。この結果から、ニッケル多孔体の比表面積の増加に伴い、複合材料中の Al_3Ni 粒子数は増加していることが分かる。ニッケル多孔体の比表面積が増加したことにより、ニッケルと溶湯アルミニウムの触れ合う面積が増え、より多くの Al_3Ni 粒子が母材中への剥離分散されたためである。

Fig.4(b)は縦軸を Al_3Ni 粒子のカウント数、横軸を複合材料作製の際の反応時間としたグラフである。結果として、反応時間を制御することにより、複合材料内部に生成された Al_3Ni 粒子の粒成長や衝突合体、オストワルド成長を防ぎ、より多くの粒子を分

散させた複合材料の作製が可能であることが分かる。以上の結果から、多孔体の比表面積を変化させること、反応時間を制御することにより、複合材料中の Al_3Ni の体積率を制御できるだけでなく、その粒子数も制御することが可能であると考えられる。一定の加圧下で作製した複合材料と多段階加圧を行い作製した複合材料の空孔率の変化をまとめたグラフを Fig.5 に示す。多段階加圧を行うことにより、ニッケル多孔体の骨格内部に存在する空孔及び母材中の空孔を共に減少させることができ、複合材料中の空孔率を減少させることができ、全体の空孔率としても、多段階加圧により、材料の密度を 99.6%まで向上させることができた。このことから、多段階加圧により作製した複合材料は、引張強度などの機械的特性の向上が見込まれる。

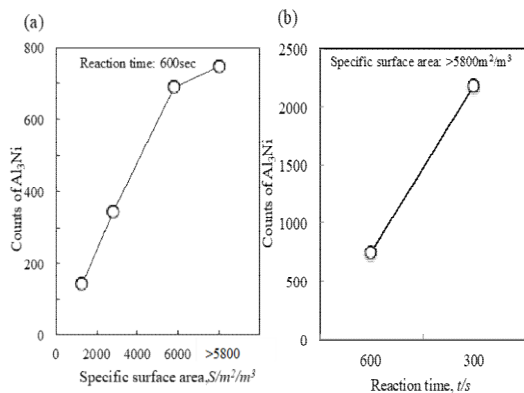


Fig. 4 Counts of Al_3Ni , (a) specific surface area: 1250, 2800 m^2/m^3 , 5800, >5800, (b) reaction time are 300s and 600s (specific surface area: >5800 m^2/m^3).

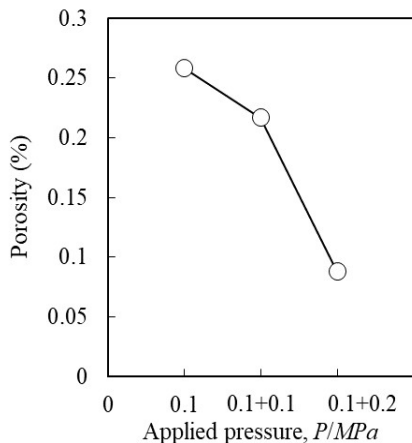


Fig. 5 Porosity $\text{Al}_3\text{Ni}_p/\text{AC8A}$ alloy composites by different applied pressure, specific surface area is >5800 m^2/m^3

4.4 硬さ

Fig.6 は、ロックウェル硬さ試験を行った結果である。作製した全ての複合材料は母材である AC8A 合金より高いロックウェル硬さの値を示し、 Al_3Ni 粒子の分散によ

る全体硬さの向上が確認できた。これは、柔らかい母材中に硬質な Al_3Ni 粒子が分散したために、結果として全体硬さが向上したと考えられる。本研究で作製した複合材料において、比表面積 >5800 m^2/m^3 のニッケル多孔体を用い反応時間 300s で作製した複合材料が、最も高いロックウェル硬さの値(45HR_A)を示し、母材と比較して約 3 倍の値を示した。これは、より微細な Al_3Ni 粒子が多数均一に母材中に分散しているため分散粒子による析出硬化から、最も高いロックウェル硬さの値を示したと考えられる。

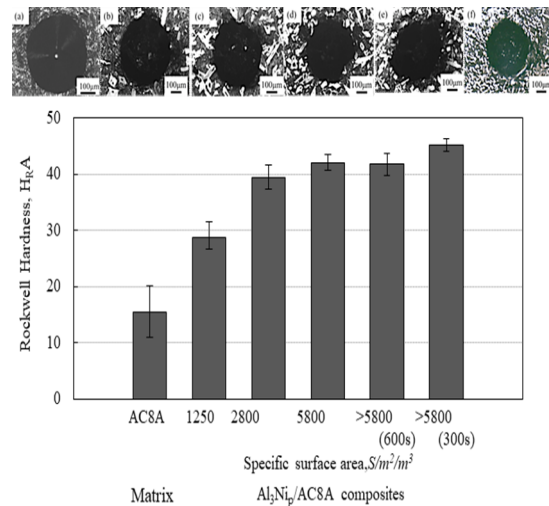


Fig. 6 Rockwell hardness for matrix and each composites

4.5 比熱、熱伝導率

比表面積 >5800 m^2/m^3 のニッケル多孔体、反応時間 300s の複合材料を用い、レーザーフラッシュ法により比熱、熱伝導率を測定した。測定結果を Table. 1 に示す。母材である AC8A 合金と鉄系材料である FC250 を比較材料とした。密度を比較すると複合材料は鉄系材料の半分以下の密度となっており十分に軽量な材料であることが確認できた。比熱を母材である AC8A 合金と比較すると複合材料の方が小さな値となっており、熱しやすく冷めやすい性質を持っていることが示唆される。熱伝導率は複合材料が最も大きく良好な値を示している。

Table. 1 $\text{Al}_3\text{Ni}/\text{AC8A}$ alloy composite of density, specific heat and thermal conductivity.

	Composite	AC8A	FC250
Density [g/cm^3]	2.768	2.760	7.28
Specific heat [J/gK]	0.8365	0.963	0.461
Thermal conductivity [W/mK]	112.53	105.50	67

5. 主な発表論文等
(研究代表者、研究分担者及び連携研究者
には下線)

[雑誌論文] (計 6 件)

- [1] “Manufacturing of carbon nanotube preform with high porosity and Its application in metal matrix composites”, Yongbum Choi, Zhefeng Zu, Kazuhiro Matsugi, Kenjiro Sugio, Gen Sasaki, Materials Transactions, Vol. 58, No.5, pp.834-837 (2017). 査読有
- [2] “Manufacturing process of carbon alumina short fiber hybrid reinforced aluminum matrix composites by low pressure casting”, Yongbum Choi, Yoshiki Kataoka, Zhefeng Zu, Kazuhiro Matsugi, Gen Sasaki, Materials Transactions, Vol. 58, No.7, pp.1097-1099 (2017). 査読有
- [3] “Microstructures of Al₃Ni particles reinforced composites by infiltration and reaction method and their properties”, Yongbum Choi, Zhefeng Zu, Kazuhiro Matsugi, Kenjiro Sugio, Gen Sasaki, Materials Transactions, Vol. 58, No.8, pp.1235-1237, 2017. 査読有
- [4] “Fabrication of vapor-grown carbon fiber-reinforced magnesium-calcium alloy composites by compo-casting process”, Youqiang Yao, Zhefeng Xu, Kenjiro Sugio, Yongbum Choi, Kazuhiro Matsugi, Shaoming Kang, Ruidong Fu and Gen Sasaki, Materials Transactions, Vol. 58, No.4, pp.673-678 (2017). 査読有
- [5] “Tensile properties of Bi alloy and a case study for alloy design in their application to high temperature solders”, Meiqi Yu, Zhefeng Xu, Yongbum Choi, Takuma Konishi, Kazuhiro Matsugi, Jinku Yu, Satoshi Motozuka, Ken-ichiro Suetsugi, Materials Transactions, Vol. 58, No.2, pp.140-147 (2017). 査読有
- [6] “アルミニウム基複合材料の有効熱伝導率に対する界面熱抵抗の影響”, 杉尾健次郎, 崔龍範, 佐々木元, 日本金属学会誌, Vol. 81, No.10, pp.467-474 (2017). 査読有

[学会発表] (計 14 件)

- [1] “Microstructures and mechanical property of intermetallic compounds reinforced composites” Yongbum Choi, Zhefeng Xu, Kazuhiro Matsugi, Kenjiro Sugio, Gen Sasaki, 6th JSME/ASME 2017 International

Conference on Materials and Processing, ICM&P2017

- [2] “Evaluation of spatial distribution of second phase in particel dispersed composites with machine learning technique” Kenjiro Sugio, Yongbum Choi, Gen Sasaki, 6th JSME/ASME 2017 International Conference on Materials and Processing, ICM&P2017
- [3] “Microstructure analysis of high porosity nickel porous reinforced metal composites by infiltration and reaction method” Tomokazu Hirano, Yongbum Choi, Kazuhiro Matsugi, Zhefeng Xu, Kenjiro Sugio and Gen Sasaki, International Symposium on Green Manufacturing and Applications (ISGMA 2017)
- [4] “Development of CNF/Flame-resistant Magnesium Alloy Composites by Stir Casting” Gen Sasaki, Youqiang Yao, Kenjiro Sugio, Yongbum Choi International Symposium on Green Manufacturing and Applications (ISGMA 2017)
- [5] “Structure Control of VGCF/Aluminum Metal Matrix Composite” Erlangga Hanggara, Kenjiro Sugio, Gen Sasaki, Yongbum Choi, Kazuhiro Matsugi, International Symposium on Green Manufacturing and Applications (ISGMA 2017)
- [6] “Exploring Stable Structure of Solute Cluster in Al-Si Based Alloys by using First Principles Calculation and Kinetic Monte Carlo Method” Hiroshi Mito, Kenjiro Sugio, Yongbum Choi, Gen Sasaki, International Symposium on Green Manufacturing and Applications (ISGMA 2017)
- [7] “Evaluation of Interfacial Thermal Resistance of Al-SiC Composites by Using Image-based Calculation” Keisuke Kono, Sugio Kenjiro, Yongbum Choi, Gen Sasaki, International Symposium on Green Manufacturing and Applications (ISGMA 2017)
- [8] “Microstructure control of TiB₂ particle dispersed steel composites” Koki Tominaga, Gen Sasaki, Kazunari Noguchi, Kenjiro Sugio, Yongbum Choi, Kazuhiro Matsugi, International Symposium on Green Manufacturing and Applications (ISGMA 2017)

- [9] “Effect of Preparation Conditions on Thermal Properties of Graphite / Copper Composites” Yojiro Miyoshi, Gen Sasaki, Kenjiro Sugio, Yongbum Choi, Kazuhiro Matsugi, International Symposium on Green Manufacturing and Applications (ISGMA 2017)
- [10] “Particle Detection of Al-SiC Particle-Dispersed Composites by using Image Recognition with Machine Learning Technique” Yosuke Otani, Kenjiro Sugio, Yongbum Choi, Gen Sasaki, International Symposium on Green Manufacturing and Applications (ISGMA 2017)
- [11] “Mechanical property of Al₃Ni/Al alloy composite by infiltration and reaction method” Yongbum Choi, Zhefeng Xu, Kazuhiro Matsugi, Kenjiro Sugio and Gen Sasaki, 21th International conference on composite materials (ICCM21), 2803.2017
- [12] “Fabrication and thermal conductivity of carbon nanofiber reinforced aluminum matrix composite by low pressure casting method” Fei Gao, Yongbum Choi, Kazuhiro Matsugi, Zhefeng Xu, Kenjiro Sugio and Gen Sasaki, 21th International conference on composite materials (ICCM21), 3241.2017
- [13] “Manufacturing process of hybrid aluminum matrix composite by low pressure casting” Yoshiki Kataoka, Yongbum Choi, Zhefeng Xu, Kenjiro Sugio, Kazuhiro Matsugi, Gen Sasaki and Hiroyuki Suzuki, 21th International conference on composite materials (ICCM21), 2813.2017
- [14] “Estimation of effective thermal conductivity of metal matrix composites by using image analysis” Kenjiro Sugio, Yongbum Choi, and Gen Sasaki, 21th International conference on composite materials (ICCM21), 3848.2017

〔図書〕 (計 0 件)

〔産業財産権〕

○出願状況 (計 0 件)

名称：
発明者：
権利者：

種類：
番号：
出願年月日：
国内外の別：

○取得状況 (計 0 件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
取得年月日：
国内外の別：

〔その他〕
ホームページ等

6. 研究組織

(1)研究代表者
崔 龍範 (Choi Yongbum)
広島大学・工学研究科・助教
研究者番号：00457269

(2)研究分担者
佐々木 元 (Sasaki Gen)
広島大学・工学研究科・教授
研究者番号：30192595

(3) 研究分担者
松木 一弘 (Matsugi Kazuhiro)
広島大学・工学研究科・教授
研究者番号：30253115