#### 研究成果報告書 科学研究費助成事業

今和 4 年 5 月 1 9 日現在

機関番号: 57101

研究種目: 基盤研究(C)(一般)

研究期間: 2019~2021

課題番号: 19K05114

研究課題名(和文)鋳型振動法を用いた鋳造材料の結晶粒微細化と結晶粒微細化機構の解明

研究課題名(英文)Grain Refinement of Cast Materials and Clarification of the Refining Mechanism using Mold Vibration Method

#### 研究代表者

山本 郁 (Kaoru, Yamamoto)

久留米工業高等専門学校・材料システム工学科・教授

研究者番号:00325515

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 3,400,000円

研究成果の概要(和文):鋳型振動法を用いて,AI合金鋳造材の結晶粒微細化に関する研究を行った.AI-Cu合金の初晶 相,AI-Si合金の初晶Siは鋳型振動の振幅および周波数の関数である加振力によって整理でき,加振力とともに結晶粒が微細化することがわかった.また,水モデル実験により,結晶核は振動により溶湯表面や鋳型近辺で発生し,それが鋳型内部を満たすために起こることを明確にした.共晶セルも振動を与えると微細化し,セルサイズも加振力の増加とともに減少するが,共晶ラメラ間隔は変化しない.さらに,鋳型振動法と接種を組み合わせることにより,結晶粒径を100  $\mu$ m程度まで微細化させる可能性があることを明らかにした.

研究成果の学術的意義や社会的意義 鋳造材は他の加工法と比較して安価に製造できるが,鍛造や圧延などのその他の製造過程によって製造された製品と比較して結晶粒が粗大化し,機械的特性が劣るという欠点がある.本研究では,新しく考案した鋳型振動装置を用いて溶湯に機械振動を与え,容易に結晶粒を微細化する新しいプロセスを見いだした.本研究により鋳型振動装置を用いた鋳造材の結晶粒微細化機構を解明するとともに結晶粒微細化手法を確立した.

研究成果の概要(英文): The grain refinement of Al cast alloy was investigated using a mold vibration method. It was found that the primary of Al-Cu alloy and the primary Si of Al-Si alloy can be summarized by the excitation force, which is a function of the amplitude and frequency of the mold vibration, and the grain size decreases with increasing excitation force. From the water model experiments, it was clarified that a large amount of crystals are generated at the boundary between the surface of the molten metal and mold wall when the molten metal is vibrated, and these many fine crystals fill the inside of the mold. Eutectic cells in eutectic alloys can be also refined by the vibration, and the cell size decreases with increasing excitation force, however the eutectic lamellar spacing does not change.

Furthermore, it was cleared that the combination of the mold vibration and inoculation has the potential to refine the grain size to about 100 µm.

研究分野: 材料組織制御

キーワード: 凝固 結晶粒微細化 振動 AI合金 鋳造

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等に ついては、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

#### 1. 研究開始当初の背景

金属材料の諸特性は、材料の微細構造に大きく依存することはよく知られている、特に、硬さ、強度、疲労特性などの機械的特性は結晶粒径に大きく依存し、結晶粒径が小さくなるほどその特性は向上する.

鋳造は、溶融金属を鋳型に流し込み製造するため、最終形状に近いニアネットシェイプ成形が容易であり、その他の加工法と比較して比較的安価に製造できるなど様々な利点を有している。しかし、大型製品では結晶粒が粗大化し、鍛造や圧延などその他の製造過程によって作られた製品と比較して機械的特性が劣るという欠点がある。また、複雑形状製品を製造した場合には、場所によって冷却速度が変化するため結晶粒が不均質になり、強度のばらつきが生じるなどの問題も生じる。したがって、鋳造業界では微細かつ均質な結晶粒を有する鋳造材を得ることが強く望まれている。

これまで,鋳造法における結晶粒微細化手法について様々な研究が行われてきた. 特に, 異種材料を接種として添加する方法 1)-4), 溶湯の超音波振動 5)-7), 電磁攪拌 8), 電磁振動 9)等による微細化などは行われているが, それぞれ課題があり, 十分な実用化に至っていない.

# 2. 研究の目的

鋳造材の結晶粒微細化及び均質化は産業界より強く求められており、結晶粒微細化に関する研究が行われてきた。その中でも、本研究において提唱する鋳型振動法を用いた結晶粒微細化法は容易に結晶粒径を制御する新しいプロセスである。本研究では、鋳型振動法を用いた結晶粒微細化機構を明らかにするとともにこれまで困難であった鋳造材の結晶粒微細化手法の確立を目的としている。

# 3. 研究の方法

図 1 に本研究で用いた鋳型振動装置を示す。本装置はモータに取り付けられた偏心カムを通じてステージ上の鋳型を左右に振動させる。モーターの回転数と偏心カムの偏心量により、周波数を  $5\sim50$ Hz、 片振幅を  $0.1\sim5.0$ mm まで変化させることができる。

各試料は、シリコニット炉により所定の溶解温度及び鋳込み温度で鋳造した. 鋳型は鋳型振動装置に設置した縦 50mm×横 50mm×高さ 65mm の上部が大気解放された形状の金型とし、金型温度は室温とした. 鋳型の振動は、鋳込み直前から開始し、鋳込み後 10 分経過した時点で停止させた.

鋳造した試料は、振動方向と水平に切断した後、切断面を研磨・腐食し、光学顕微鏡を用いて組織観察を行なった。また、結晶粒の測定においては、測定範囲を試料底部から10~20mmの範囲とし、画像解析ソフトを用いて測定した。

水モデル実験は、37%NH4Cl水溶液を用い、加熱温度 363~373K、鋳湯温度 363K とした. 鋳型は鋳壁厚さ 20mm のアルミニウム製金型とし、観察面には透明なポリカーボネート板を用い、鋳壁形状を様々に変化させた. これら鋳型を鋳型振動装置に設置して実験し、核生成機構、結晶粒成長機構を調査した.

# た. 4. 研究成果

図2にA1-2%Cu合金を鋳型振動装置を用いて 鋳造した組織写真を示す. 鋳型に振動を与える ことにより結晶粒が微細化していることがわ かる. 振動鋳型の振動数または片振幅を大きく することでさらに微細化しており, 鋳型の周波 数および振幅を加味した加振力によって整理 することができた. 図3に結晶粒径と加振力の 関係を示す. 結晶粒径は無振動で6.4mmであっ たが, 加振力を3.8Nにまで増加させると 0.76mmまで微細化する. しかし, それ以上の加 振力を付加しても粒径の変化は小さく, それ以 上の効果が小さいことを明確にした. 同様に, A1-21%Si 合金についても同様な実験を行っ

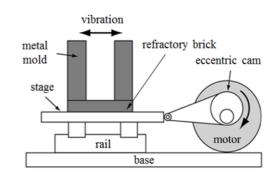


図 1 鋳型振動装置の概略図

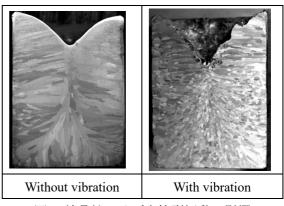


図2 結晶粒に及ぼす鋳型振動の影響

た結果, 初晶 Si は振動鋳型の加振力を増加さ せることにより微細化できることを確認した.

塩化アンモニウム水溶液を用いた水モデル実 験では、鋳型内での溶湯流動を制御できる様々 な形状の鋳型を用いて実験を行った. 図4に上 部開放型の無振動及び振動した場合の鋳型内 での変化を示す. 無振動の場合, 塩化アンモニ ウム結晶が時間の経過とともに鋳壁から中央 部へ向かって大きく成長するが, 振動を付加す ると鋳込み直後に鋳壁と液面の境界近傍で結 晶が晶出し始め、その後20秒で結晶が振動に よる対流で鋳型内を満たす結果となった. ま た, 試料部と押湯部を作り, その間を閉鎖する と, 試料部での波打ちが抑制されることで結晶 の晶出及び対流が抑制され,結晶の晶出及び成

長は無振動時と同様な挙動を 示した. さらに, 押湯部に堰を 設けると,溶湯表面や鋳型近傍 で発生した結晶が堰によって 試料部への移動が妨げられ,無 振動時と同様に結晶が大きく 成長することがわかった. そこ で, A1-2%Cu 合金を用いた実証 実験を行った結果を図 5 に示 す. 水モデル実験と同様に鋳型 内に堰を設けると,振動を付加 しても試料部では柱状晶が成 長して微細化が抑制されてお り,振動鋳型における結晶粒微 細化は,溶湯表面と鋳壁の境界 近傍における波打ちによって 生じる核生成が原因であるこ とが明確となった.

さらに, 鋳型振動が共晶組織 に及ぼす影響を A1-33%Cu 合金

を比較すると、無振動と振動では凝固時の 過冷度にほとんど差はないが、振動を与え ることにより凝固時間が長くなっており, ラメラ間隔が大きくなる結果と一致した.

また、初晶 $\alpha$ と共晶相が混在するA1-15%Cu 合金について実験を行った結果,振 動を付加すると初晶デンドライトがセル状 に微細化し、その周りを共晶相が分布する 組織となった.この場合も,共晶ラメラ間 隔は振動の有無によってほとんど変化はな かった. これは, 共晶が晶出する固相率は 約0.65であり、溶湯の見かけ粘度が高くな って溶湯の対流や溶質の拡散が起きにく く,変化が少なかったためと考えられた.

鋳造材のさらなる結晶粒微細化を目的と して鋳型振動と接種を組み合わせ、結晶粒 微細化に及ぼす複合的効果に関する研究を 行った. A1-2%Cu 合金に一般的に接種剤と して利用されている Al-Ti 合金を添加した 場合の結晶粒径と加振力の関係を図7に示 す. Ti 接種量とともに結晶粒は微細化する が、さらに振動を付加することで、結晶粒 径は大きく減少し,加振力 10.7N, Ti 接種 量 0.025%の場合では、粒径を 0.1mm まで微 細化することができた. このことは、接種

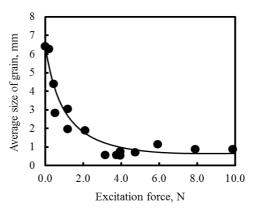


図3結晶粒径と加振力の関係

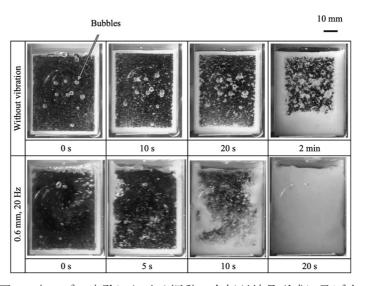


図 4 水モデル実験における振動の有無が結晶形成に及ぼす 影響

を用いて調査した. 共晶セルサイズと加振力の関係を図6に示す. 共晶セルサイズは加振力の増 加とともに  $80 \mu m$  から  $40 \mu m$  まで減少し、初晶  $\alpha$  相と同様に微細化することがわかった. 一方、 共晶セル内の共晶ラメラ間隔は逆に大きくなる結果となった.無振動及び振動時の熱分析結果  $10 \, \text{mm}$ 

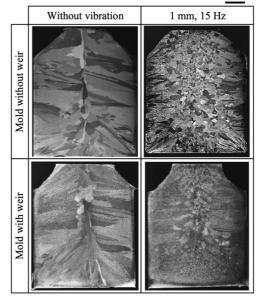
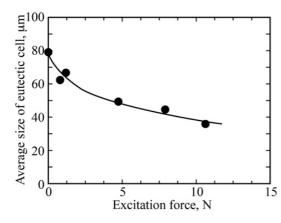


図 5 水モデル実験の結果を考慮した A1-2%Cu 合 金での実証実験(堰の有無における組織変化)

による核生成能の増加および振動による鋳壁近傍からの核生成が同時に起こり, さらなる結晶 粒微細化が達成されたものと考えられた.



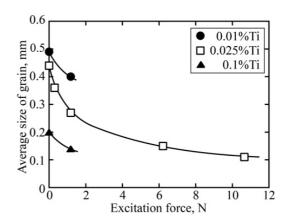


図6共晶セルサイズと加振力の関係

図7 結晶粒径と加振力及び Ti 接種量の影響

# <参考文献>

- 1) R. J. Kissling, J. F. Wallacce: Foundry (1963) 142
- 2) 寺井士郎:軽金属 24 (1974) 42
- 3) 水本 将之, 田中 浩章, 香川 明男: 鋳造工学84 (2012) 131
- 4) 織田和宏, コマロイセルゲイ, 石渡保生: 軽金属 61 (2011) 149
- 5) 大澤嘉昭, 荒金吾郎, 高森晋, 佐藤彰, 大橋修: 鋳造工学 71 (1999) 98
- 6) 大澤嘉昭, 高森晋, 荒金吾郎, 梅沢修, 佐藤彰, 大橋修: 鋳造工学 72 (2000) 187
- 7) 田賀加奈子,福井雄太,恒川好樹,奥宮正洋:鋳造工学81(2009)469
- 8) 桃野正, 井川克也: 軽金属 29 (1979) 240
- 9) 三輪謙治:軽金属 52 (2002) 611

#### 5 . 主な発表論文等

「雑誌論文 〕 計1件(うち査請付論文 1件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 1件)

「粧誌調文」 司門(ひら直説的調文 1件/ひら国際共者 10件/ひらオープンググセス 1件)	
1.著者名 吉武 靖生、山本 郁、笹栗 信也、恵良 秀則	4.巻 94
2.論文標題 塩化アンモニウム水溶液を用いた振動鋳型による結晶粒微細化の実証実験	5.発行年 2022年
3.雑誌名 鋳造工学	6.最初と最後の頁 62~68
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.11279/j fes.94.62	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	国際共著

〔学会発表〕	計1件(うち招待詞	講演 −0件 / ~	うち国際学会	0件)

1	杂主	マク

吉武 靖生, 山本 郁, 笹栗 信也, 恵良 秀則

2 . 発表標題

振動鋳型を用いたアルミニウム合金の結晶粒微細化メカニズム

3 . 学会等名

日本鋳造工学会第177回全国講演大会

4 . 発表年

2021年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6.研究組織

6.	. 研究組織		
	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考

# 7.科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------