

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 5 年 5 月 12 日現在

機関番号：82626

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2020～2022

課題番号：20K05186

研究課題名（和文）電磁振動プロセスを用いた均一孤立微細分散相を有する不混和性アルミニウム合金の創製

研究課題名（英文）Homogenous distribution of the minor phase in immiscible Al-based alloys solidified by electromagnetic vibration processing

研究代表者

李明軍（Li, Mingjun）

国立研究開発法人産業技術総合研究所・材料・化学領域・主任研究員

研究者番号：50392808

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）：Al-20wt%Sn合金にて電磁振動プロセスを用いて電磁振動条件である振動周波数、振動電流及び磁場強度を変化させることにより電磁振動の影響を調査した結果、100Hzの電磁振動を印加した試料においてはSn相が孤立微細分散していることが判明した。電磁振動を印加せずに作製した試料の引張試験時の伸びは13.8%であったのに対して、100Hzの試料の伸びは22.4%となり、一番良い結果となった。また、Snの孤立微細分散に関しては、振動エネルギーではなく、晶出したAlデンドライト間のSn濃縮層を電磁振動流で消失させることによりSn層が薄くなり、その後の熱により孤立微細分散することが判明した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

二相分離（偏晶型）合金は構成する金属間の密度差が大きく、 casting時には軽元素は上に浮き、重元素は下に沈むため偏析しやすく、従来の casting技術では作製が不可能であった。これらの二相分離合金の第二相を母相中に均一に孤立微細分散させることができれば、優れた特性を有する複合材料が創製できる。我々は直流磁場中で溶湯に交流電流を印加することで発生する電磁振動プロセスを用いる事により、Al-Sn不混和性合金において第二相のSnがAl母相に均一に孤立微細分散した事に成功した。磁場強度の影響を精査した結果、Snの孤立微細分散できる原理を見出すことができた。

研究成果の概要（英文）：The immiscible Al-Sn alloy is prone to segregate under a usual casting condition. If the Sn phase can be isolated finely and dispersed homogeneously into the Al matrix, the properties will be greatly enhanced. In the present study, we solidified Al-20 wt% Sn when electromagnetic vibration (EMV) was imposed upon the solidifying liquid. The effects of electric current, vibration frequency, and magnetic flux density on the solidification microstructure were examined and characterized. It was found that when EMV was imposed at $f = 100$ Hz, the Sn phase could be isolated finely and dispersed homogeneously in the primary Al matrix. The specimen with fine Sn dispersions had an improved elongation in tensile tests. The homogenous distribution of Sn is attributed to the uncoupled movement between the primary Al phase and the surrounding liquid, which may breakdown the Sn liquid film into discrete segments and thus form isolated particles at the final stage.

研究分野：金属生産工学

キーワード：アルミニウム 電磁振動 不混和性合金 孤立微細分散 スズ

1. 研究開始当初の背景

構造用や機能性金属材料において諸性質の飛躍的な向上、さらに従来は両立が困難であった複数の機能を同時に向上させようとする研究が盛んに行われている。このような中で、注目されているのが二相分離(偏晶型)合金等の不混和性合金である。これらの合金は構成する金属間の密度差が大きく、鑄造時において軽元素は上に浮き、重元素は下に沈むため偏析しやすく、特に偏晶型合金において二相は分離したままとなり、従来の鑄造技術では作製が不可能であった。これらの不混和性合金を構成する金属は各種特性が大きく異なる事が多く、第二相を母相中に均一に孤立微細分散させることができれば、単一材料では得がたい優れた特性を有する複合材料が創製できる。

我々は直流磁場中で溶湯に交流電流を印加することで発生する電磁振動プロセスを用いる事により、Al-(Bi, Sn)不混和性合金において第二相の Bi, Sn が Al 母相中に均一に孤立微細分散した組織が得られる事を見出した。しかしながら、電磁振動プロセスを用いた不混和性合金の作製条件と合金における第二相の分散状態やその形態の関係については明らかではない。また、不混和性合金の凝固時に電磁振動を印加することで、第二相が母相中に孤立微細分散するメカニズムも不明瞭である。

2. 研究の目的

そこで、本研究では、Al-20wt%Sn 不混和性合金を対象として、Al 母相中における第二相の分散状態と電磁振動条件の関係を把握することで、第二相が母相中に均一孤立分散するメカニズムを明らかにすることを目的とした。

3. 研究の方法

試料としては、直径 6 mm、長さ 15 mm の Al-20wt%Sn 合金を用いた。この試料を図 1 に示すように外径 15 mm、内径 6 mm、長さ 100 mm のアルミナ製のるつぼに挿入し、両端をカーボン電極でふさいだ。このカーボン電極は電磁振動を印加する際の交流電流印加用電極となる。このるつぼを 10T 超電導マグネット内に設置し、両カーボン電極に銅電極を接続した。このるつぼにヒーターを被せ、700°C まで加熱、完全溶解したのちに電磁振動を印加しながら冷却、凝固させた。また、比較材として、商用 Al 合金インゴットを Ar 雰囲気中にて溶解、鑄型に鑄込むことにより作製した Al6000 と Al7000 系合金も用いた。

1T の磁場を印加する場合は、1T 常電導マグネットを用いて図 2 のようなホットトップ式の装置を用いて作製した。この時の鑄型径は 13 mm となり、長さ約 150 mm の試料が得られる。試料は上部のるつぼにて 750°C にて溶解し、鑄型上部に設けたストッパーを外すことにより、鑄型用ヒーターにて加熱している鑄型内に充填したのちに電磁振動を印加、ヒーターを停止することにより、水冷している下型からの抜熱を用いて一方向凝固することにより作製した。

4. 研究成果

まず初めに、図 2 の装置において、磁場強度 1T、電磁振動電流 300A にて振動周波数の影響を調査した。その結果、50, 100, 150, 300Hz と変化させた場合、電磁振動を印加せずに作製した試料の引張試験時の伸びは 13.8% であったのに対し、100Hz にて作製した試料の伸びは

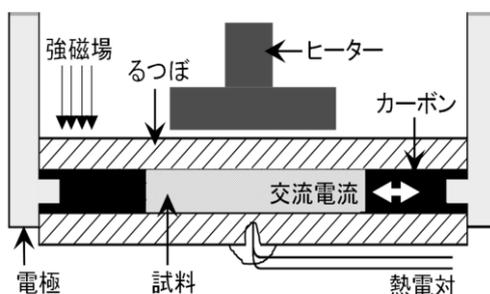


図 1 10T における試料セッティングの模式図

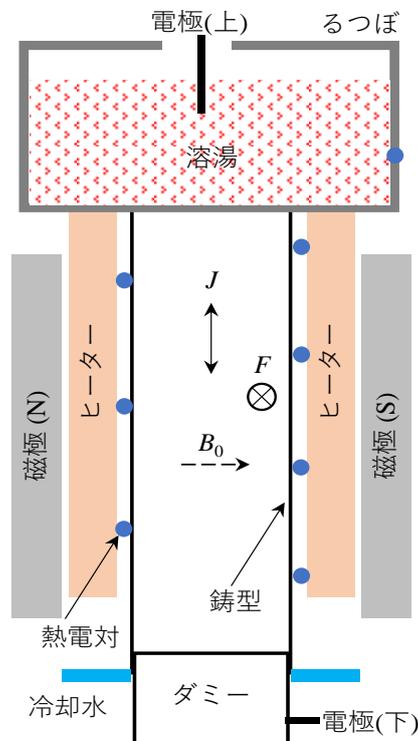


図 2 1T における試料セッティングの模式図

22.4%となり一番良い結果となった。図3に引張試験後の破断面のSEM写真を示す。(a)に示した電磁振動を印加しなかった試料と異なり、(b)に示した100Hzの電磁振動を印加した試料の破断面ではディンプルが多数確認され、非常に良い伸びを示していることがわかる。そこで、図4に電磁振動を印加しなかった試料と100Hzの電磁振動を印加した試料の組織写真を示す。非常に良い伸びを示した

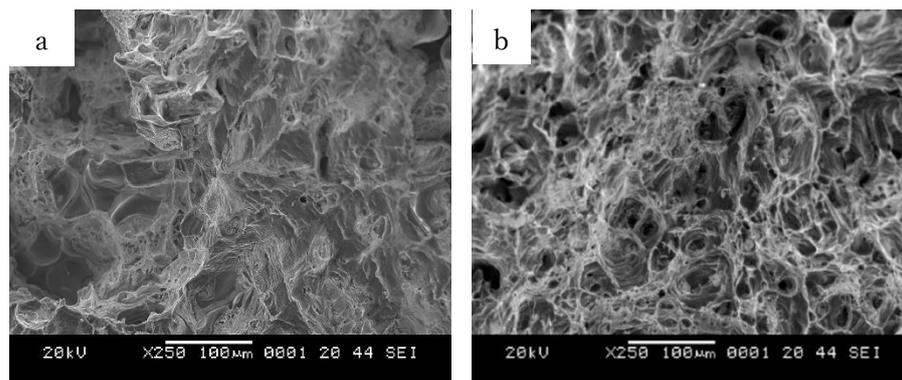


図3 破断面SEM写真(a)電磁振動無し(b)電磁振動あり

100Hzの電磁振動を印加した試料においてはSn相が孤立微細分散していることがわかる。そこで、Al-20wt%Sn合金にて図1の装置を用いて磁場強度を10Tに固定して、電磁振動条件である振動周波数(100~4000Hz)、電磁振動電流(10~90A)の2条件を変化させることにより電磁振動の影響を調査した。この時、電磁振動印加時間・印加タイミングに関しては、これまでの経験から完全液相から約95%が固相になる温度まで電磁振動を印加した。固相量は、ThermoCalcのScheilモデルを用いて算出を行った。常電導マグネットを用いた図2の実験では試料径が13mmに対して、超電導マグネットを用いた実験では試料径が6mmのため、電流密度がほぼ同じになるように60Aに設定している。その結果、10Tにて電磁振動電流を60Aに固定、振動周波数を変化させた場合、1000Hzにおいて最もAl結晶粒が微細球状化した。また、加振力に比例する電磁振動電流に関しては大電流、すなわち大きな加振力の方が効果的であることが判明した。この時、Al結晶粒内に存在するSn相は孤立分散していたが、Al結晶粒界に存在するSn相が多く存在し、Al結晶粒を孤立分散化していた。このような組織では良い伸びは期待できない。そこで、比較材として6000系Al展伸材、および7000系Al展伸材の微細化における周波数の影響を磁場強度10T、電磁振動電流60Aにて調査した。その結果、6000系Al展伸材では500~750Hzにて微細球状化し、7000系Al展伸材においては1000Hzにて作製した試料が一番微細球状化していた。この結果は、Al-20wt%Sn合金の時とほぼ同じであり、Al-20wt%Sn合金の10TにおけるAl相の微細球状化はこれまでの電磁振動プロセスによる微細化と同じ原理であることが判明した。

次に10T超電導マグネットを用いた図1の装置を用いて、低磁場における電磁振動の影響を調査した。その

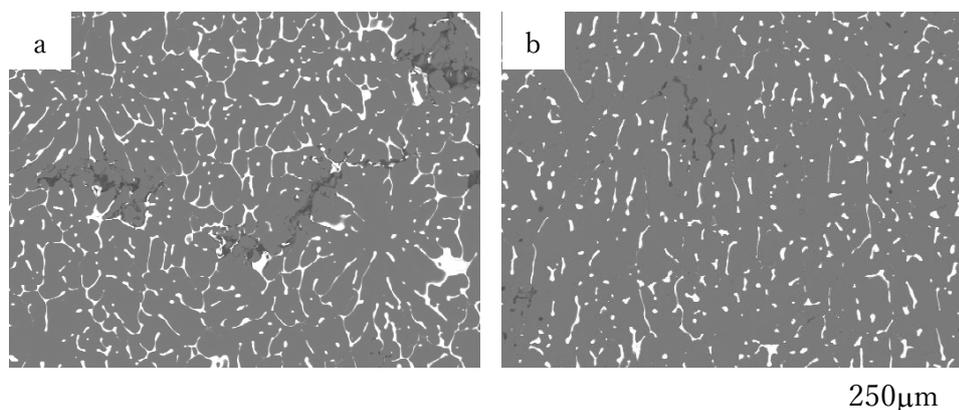


図4 鑄造組織(a)電磁振動無し(b)電磁振動あり

結果、磁場強度1T、電磁振動電流60Aにて100~1000Hzまで周波数を変化させた場合、図2の装置にて得られた結果と同じ100HzにおいてSnの孤立微細分散が確認された。

これらの結果より、Snの孤立微細分散は、これまで我々が実験を行ってきた結晶粒微細化と全く異なる条件にて起こる現象であることが判明した。結晶粒微細化は10T、60Aという非常に強い電磁振動力が必要であるが、その10分の1の力である1T、60AにてSnの孤立微細分散は起こることが判明した。結晶粒微細化の場合、振動エネルギーが重要であることがこれまでの研究で分かっているが、Snの孤立微細分散の場合は振動エネルギーではなく、晶出したAl dendライト間のSn濃縮層を電磁振動流により消失させることによりSn層が薄くなり、その後の熱により孤立微細分散することが判明した。このことより、流動抑制が働く10Tなどの超強磁場より1T以下の強磁場のほうが有利である可能性も見いだせた。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Li Mingjun, Tamura Takuya, Takahashi Koichi	4. 巻 63
2. 論文標題 Refinement of Microstructure of JIS A7204 and A6022 Aluminum Alloys Solidified by Electromagnetic Vibration Technique	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 MATERIALS TRANSACTIONS	6. 最初と最後の頁 923 ~ 930
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2320/matertrans.F-M2022804	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Tamura Takuya, Li Mingjun, Takahashi Koichi, Inoue Eisaku	4. 巻 862
2. 論文標題 Improved solidification structures and mechanical properties of Al-20wt% Sn alloys processed by an electromagnetic vibration technique	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Materials Science and Engineering: A	6. 最初と最後の頁 144416 ~ 144416
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.msea.2022.144416	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計3件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 1件）

1. 発表者名 Mingjun Li, Takuya Tamura, Koichi Takahashi
2. 発表標題 Structural refinement of 7204 and 6022 aluminum alloys solidified by an electromagnetic vibration technique
3. 学会等名 日本鋳造工学会第179回全国講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Mingjun Li, Takuya Tamura, Eisaku Inoue
2. 発表標題 Homogeneous dispersion of fine Sn particles in immiscible Al-Sn alloys solidified by an electromagnetic vibration technique
3. 学会等名 The 18th International Conference on Aluminum of Alloys (ICAA18) (国際学会) (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 田村卓也、李明軍、高橋功一
2. 発表標題 電磁振動プロセスを利用したAl-7mass%Si連続铸造棒における組織変化
3. 学会等名 日本鑄造工学会第180回全国講演大会
4. 発表年 2022年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

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
研究分担者	田村 卓也 (Tamura Takuya) (30446588)	国立研究開発法人産業技術総合研究所・材料・化学領域・上級主任研究員 (82626)	

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
---------	---------