

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 18 日現在

機関番号：33924

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2011～2013

課題番号：23560898

研究課題名(和文) ソノ凝固プロセスによるヘテロ構造二相アルミニウム合金の開発

研究課題名(英文) Development of Al-Si-Fe Alloy by Sono Solidification Process

研究代表者

恒川 好樹 (Tsunekawa, Yoshiki)

豊田工業大学・工学部・特任教授

研究者番号：50148350

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,000,000円、(間接経費) 1,200,000円

研究成果の概要(和文)：軽量耐摩耗性材料として過共晶Al-Si合金を取上げ、その強度・耐摩耗性と延性を両立させるべくヘテロ構造の創成を行った。超音波照射しながら凝固させるソノ凝固によって半凝固スラリーを準備した。このスラリーを用いて半凝固鋳造で創形するとともに、軟らかい α -Al相と硬い微細粒状初晶Si相から成るヘテロ構造を創成した。ソノ凝固スラリーを用いて作った半凝固鋳造材は強度・耐摩耗性と延性を併せ持つ特徴がある。

研究成果の概要(英文)：With taking hypereutectic Al-Si alloys as light weight wear-resistant materials, the creation of hetero-structure is examined to be consistent with strength and ductility. Semisolid slurry was prepared by sono-solidification with irradiated ultrasound on molten metal during the solidification. Shaping was then performed by rheocasting with the sono-solidified slurry. The hetero-structure composed of soft (α)-Al and hard primary Si particles is created by rheocasting with sono-solidified slurry, which exhibits high strength/wear resistivity and ductility.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・金属生産工学

キーワード：金属生産学 ソノ凝固 ヘテロ構造 キャビテーション 微細初晶シリコン 非平衡 α -Al

1. 研究開始当初の背景

Al 合金は、代表的なエネルギー蓄積材料であるため、その新塊製造に比べて、再生塊を使用するリサイクル効果がきわめて大きい。低純度再生塊を原材料として、合金添加に頼らずにインプロセス組織制御によって要求される機能を形状付加過程の中に創りこむことが望まれている。

過共晶 Al-Si 合金のソノ凝固組織に微細粒状化した初晶 Si 相を加えると、多数の非平衡 α -Al 相が晶出することを発見した。これは従来の微細化メカニズムからは説明ができないため、あらたな角度から提案をする。

2. 研究の目的

過共晶 Al-Si 合金のソノ凝固組織は、硬質の微細粒状化した初晶 Si と、粒状に晶出する軟質の非平衡 α -Al との相反する構成相から成るヘテロ構造を特徴とする。過共晶 Al-Si 合金における非平衡 α -Al 相の晶出によって、硬質の初晶 Si の晶出量が増し、また、不純物(Fe)の巨大板状晶出物を微細粒状化することから、強度・耐摩耗性/延性・加工性の相反する材料特性が同時に改善されると期待される。

本研究では、下記の2項目を明らかにする。

(1)ソノ凝固によって、過共晶 Al-15wt%Si 合金の初晶 Si 晶出量を、20wt%Si 合金で予想される初晶 Si 量まで増加させ、20wt%Si 合金級の強度・耐摩耗性を維持しながら、非平衡 α -Al 相によって過共晶 Al-Si 合金としては驚異的な延性・加工性を有する Al-Si 合金を実現する。

(2)リサイクル材の高配合によって不純物(Fe)濃度が高くなると、 β -AlSiFe 化合物が粗大板状に晶出することから、強度・延性が著しく低下する。ソノ凝固によって粗大板状 Fe 化合物を微細粒状化し、100%リサイクル材(~0.7wt%Fe)を使っても、100%新塊(<0.2wt%Fe)で製造した Al-Si 合金の材料特性以上に改善して、高機能部材へのリサイクル材の使用を可能にする。

3. 研究の方法

軟質非平衡 α -Al 相/硬質初晶 Si から成るヘテロ構造二相 Al 合金の開発に必要な要素技術を確認するため、過共晶組成 Al-17wt%Si)合金の超音波溶湯処理を、温度、時間、冷却速度を変化させて行い、溶湯処理の限界を見極める。さらに、非平衡 α -Al 相の晶出が初晶 Si 晶出量を増加させることなどソノ凝固におけるミクロ組織上の特徴を定量的に把握し、その効果として、強度・耐摩耗性/延性・加工性の評価を行う。また、次世代元素戦略の一環として、低純度リサイクル材を用いて、本ソノ凝固プロセスに基づく希少金属を添加しない Al 合金の開発を行う。

(1)過共晶 Al-17wt%Si 合金を用いるソノ凝固(超音波溶湯処理:溶湯温度、処理時間、冷却速度を変化させて処理後の急冷組織観察)

(試作実験装置:超音波ホーン(申請消耗品)、溶湯と容器、ホーン予熱用炉、溶湯加熱用炉、冷却速度制御パイプ、試料昇降単軸口ポット、水槽から成る。

超音波溶湯処理を行う温度の影響
溶湯処理温度が高温であるほど注湯は楽になるが、ソノ凝固効果は高温で処理するほど弱くなると予想される。

非平衡 α -Al 相の晶出温度、存続できる時間(高压下での α -Al 相晶出機構の検証)

初晶 Si の晶出温度、存続できる時間(キャビテーション気泡での異質核生成の検証)

超音波溶湯処理を行う時間

処理時間の短縮とともにプロセス上の自由度は増加するが、ソノ凝固効果は超音波溶湯処理時間が短くなるほど弱くなると予想される。

超音波溶湯処理中の温度低下

超音波処理中の溶湯温度の低下はソノ凝固効果の限界を把握するだけでなく、ソノ凝固 Al-Si 合金の実用化にとっても重要である。できるだけ高温域で、短時間の超音波溶湯処理が望ましい。

(2)超音波溶湯処理した溶湯を用いる形状付与プロセスの検討:低速ダイカスト鑄造機を設計・製作・テスト鑄造を行う。

硬質初晶 Si の微細粒状化、軟質非平衡 α -Al 相の晶出に加えて、凝固の最終段階で晶出する共晶 Si の微細粒状化を確認する。

ソノ凝固組織の定量化とソノ凝固試験片の引張試験により強度・延性を調べる。

(3)過共晶 Al-17wt%Si 合金の超音波溶湯処理
超音波溶湯処理のソノ凝固効果が表れる限界条件を見極める。

超音波溶湯処理合金のミクロ組織の定量評価

ソノ凝固プロセスによる試験片鑄造

20wt%Si 合金とソノ凝固 17wt%Si 合金の機械的性質の比較

(4)不純物(Fe)含有量の高い Al-17wt%Si-x% Fe 合金の超音波溶湯処理

ソノ凝固効果の限界条件把握し、ミクロ組織を定量評価する。特に、Fe 含有量(x=0~1.3wt%)における Fe 化合物の微細粒状化に着目する。

Al-17wt%Si-x%Fe 合金のソノ凝固プロセス鑄造生に及ぼす Fe の効果を明らかにする。

非平衡 α -Al、初晶 Si および Fe 化合物の寸法・形状・量と機械的性質の関係把握。

標準的油潤滑摩擦摩耗試験を行う。

(5)ソノ凝固プロセスによるヘテロ構造二相 Al-Si-Fe 合金に関する本研究を総括し、本合金の実用化につなげる。

4. 研究成果

(1)ソノ凝固によって、過共晶 Al-17wt%Si 合金への初晶 Si の微細化を実現するとともに、初晶 Si の晶出量を液相線温度の高い Al-21wt%Si 合金(溶解エネルギーが大量に必

要)までに高められることを確認した。また、共晶温度付近での超音波加振はその加振時間にほぼ比例して非平衡 α -Al 相の晶出量を増加させることを確認した。

(2)形状付与ダイカストマシンを完成させた。このダイカストマシンは 20 トン加圧力で加圧速度可変、スリーブ予熱温度 300℃、キャビテーション予熱温度 200℃ が可能である。半溶融鑄造、半凝固鑄造ともプロセスパラメータの合わせ込みが課題として残っている。

(3)Al-17wt%Si-4wt%Cu 合金のソノ凝固条件の最適化により、大量の微細初晶 Si 粒および非平衡 α -Al 相から成るヘテロ構造を創成した。また、同ソノ凝固スラリーの半凝固ダイカストを行い、その引張特性および耐摩耗性を評価した。ミクロ組織の定量評価を通じてソノ凝固によって創成したヘテロ構造の効果把握した。

(4)軟質非平衡 α -Al 相/硬質初晶 Si から成るヘテロ構造二相 Al 合金の開発に必要な要素技術を確立するため、過共晶 Al-17wt%Si 合金の超音波溶湯処理を、温度、時間、冷却速度を変化させて行い、溶湯処理の効果を見極めた。さらに、非平衡 α -Al 相の晶出が初晶 Si 晶出量を増加させることなど、ソノ凝固におけるミクロ組織上の特徴を定量的に把握した。ヘテロ構造効果として、強度・耐摩耗性/延性・加工性の評価を行った。また、次世代元素戦略の一環として、低純度リサイクル材を用いて、本ソノ凝固プロセスに基づく希少金属を添加しない Fe 含有量の高い高機能 Al 合金の開発を行った。一方、ソノ凝固の本質を理解すべく、モデル溶液のソノ凝固現象を高速度顕微カメラで撮影し、キャビテーションバブルからの核発生を実証した。加えて、Al-Cu 系など単純 2 元素合金のソノ凝固を行い核発生促進効果、非平衡相の晶出と溶質原子濃度の増加を調べた。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文](計 21 件)

Y.Matsubara, Y.Tsunekawa, M.Okumiya, N.Nishikawa, Y.Genma, Strengthening of Hypoeutectic Al-Cu Alloys by Sono-Solidification, Proc. the 12th Asian Foundry Congress, 査読あり, 2013, 6 Pages

J.H.Kong, M.Okumiya, Y.Tsunekawa, S-G.Kim, M.Yoshida, AlN and Intermetallic Compound Layers Formed between Aluminum and Austenitic Stainless Steel Using Barrel Nitriding, Organic Coatings, Elsevier, 査読あり, Vol.76, 2013, pp.1841-1845

W.Kharifa, S.El-Hadad, Y.Tsunekawa, Microstructure and wear Behavior of Solidification Sonoprocessed B390 Hypereutectic Al-Si Alloy, Metallurgical and Materials Transactions A, 査読あり, Pub.online, 2013, 8 Pages

M.Fukumoto, A.Ganesan, M.Yamada, α

Y.Tsunekawa, Thick Metallic/Composite Coating on C-FRP Substrate by Plasma Spraying, Proc. the 21th International Symposium on Plasma Chemistry, 査読あり, 2013, 4 Pages

S.Sakuda, M.Okumiya, J-H.Kong, Y.Tsunekawa, M.Yamada, S.Shimizu, Prevention of Soot Deposition in Direct Carburizing by Injection of Water Vapor, Proc. the 8th Pacific Rim International Congress on Advanced Materials and Processing, 査読あり, 2013, pp.2083-2088

Y.Kohara, M.Okumiya, Y.Tsunekawa, J.H.Kong, Y.Furukawa, T.Nakamoto, Growth Characterization of Carbon coating through Carburizing and Nitriding, Proc. AES-ATEMA ' 2013, 査読あり, pp.77-84.

Y.Tsunekawa, Oxidation Control in Formation of NiAl Coatings by Reactive Suspension Plasma Spraying, Proc. International Conference on Materials Processing Technology (MAPT2013), 査読あり, 2013, pp.237-242

J.H.Kong, M.Okumiya, Y.Tsunekawa, T.Takeda, K-Y.Yun, M.Yoshida, S-G.Kim, Surface Modification of SCM420 Steel by Plasma Electrolytic Treatment, Surface and Coating Technology, Elsevier, 査読あり, Vol.232, 2013, pp.275-282

Y.Furukawa, Y.Tsunekawa, Key Issues for Quality Stabilization of Aluminum Die Casting, AFS Transactions 2013, 査読あり, Vol.121, pp.89-97

Y.Tsunekawa, M.Okumiya, Y.Miyamoto, Functionally graded thixocast pipes with sono-solidified hypereutectic Al-Si alloy billets, International Foundry Research, 査読あり, Vol.65, No.1, 2013, pp.12-17

T.Zhou, M.Yoshida, M.Okumiya, Y.Tsunekawa, Surface Nitriding of Al-Mg Alloys Using a Rotary Barrel Tank, Key Engineering Materials, 査読あり, Vols.523-524, 2012, pp.1080-1085

J.H.Li, S.Suetsugu, Y.Tsunekawa, Refinement of Eutectic Si Phase in Al-5Si Alloys with Yb Additions, Metallurgical & Materials Transaction A, 査読あり, 2012, 13 Pages

Y.Tsunekawa, M.Okumiya, T.Motomura, Semisolid casting with ultrasonically melt treated billets of Al-7mass%Si alloys, China Foundry, 査読あり, Vol.9, No.1, 2012, pp.78-83

奥宮正洋, 恒川好樹, 孔 正賢, 吉田昌史, 寺崎龍士, 真空浸室における浸入室素量にプロセスパラメータが及ぼす影響および浸入室素量制御, 熱処理, 査読あり, 第 52 巻, 第 3 号, 2012, pp.117-122

M.Okumiya, J.H.Kong, H.Fujii, M.Yoshida, Y.Tsunekawa, N.Iwamoto, Effect of

Retained Hydrocarbon on Carbon Concentration of Steel in Direct Carburizing, Proc. AES-ATEMA ' 2012, 査読あり, pp.315-320

J.H.Kong, M.Okumiya, Y.Tsunekawa, S.G.Kim, M.Yoshida, The Study of AlN and Intermetallic Compound layers between Aluminum and Austenitic Stainless Steel Using Barrel Nitriding, Proc. Coating Science International 2012, 査読あり, pp.210-213

M.Okumiya, J.H.Kong, Y.Tsunekawa, R.Terasaki, Effect of Treating Temperature and Gases Composition on Nitrogen Concentration of Steel in Vacuum Nitriding, Proc. Coating Science International 2012, 査読あり, pp.223-225

J.H.Kong, T.Takeda, M.Okumiya, Y.Tsunekawa, M.Yoshida, S.G.Kim, The Study about Surface Modification of Steel by Water Plasma, Proc. 13th International Conference on Plasma Surface Engineering, 2012, 査読あり, (CD)

宮本脩典, 恒川好樹, 奥宮正洋, 超音波溶湯処理した過共晶 Al-Si ビレットを用いる半溶融遠心鑄造, 日本鑄造工学会誌, 査読あり, 第 84 巻, 第 3 号, 2012, pp.137-142

恒川好樹, 奥宮正洋, 本村隆寛, 岩澤秀, 高橋正詞, 上久保佳則, 杉浦泰夫, 超音波溶湯処理による半溶融鑄造 Al-Si-Fe 系合金の組織改良と機械的性質, 日本鑄造工学会誌, 査読あり, 第 84 巻, 第 2 号, 2012, pp.75-80

② S.Suetsugu, Y.Tsunekawa, M.Okumiya, Crystallization of Hetero-structure in Hypereutectic Al-Si Alloy through Sono-solidification, Proc. the 4th Korea-Japan Conference for Young Foundry Engineers, 査読あり, 2011, pp.127-128

[学会発表](計 22 件)

Y.Matsubara Y.Tsunekawa, Strengthening of Hypoeutectic Al-Cu Alloys by Sono-Solidification, AFC-12 The 12th Asian Foundry Congress, Dec. 8-11, 2013, Taipei International Convention Center, Taipei, Taiwan

S.Sakuda, Y.Tsunekawa, Prevention of Soot Deposition in Direct Carburizing by Injection of Water Vapor, The 8th Pacific Rim International Congress on Advanced Materials and Processing, Aug. 4-9, 2013, Hawaii, USA

J.H.Kong, M.Okumiya, Y.Tsunekawa, Growth of the Al₃N and FeAl Intermetallic Compound Multilayer as Different Nickel Concentration, The 8th Pacific Rim International Congress on Advanced Materials and Processing, Aug. 4-9, 2013, Hawaii, USA

M.Fukumoto, Y.Tsunekawa, Thick Metallic/Composite Coating on C-FRP Substrate by Plasma Spraying, 21st International Symposium on Plasma Chemistry, Aug. 8-9, 2013, Cairns Convention Center, Queensland, Australia
Y.Tsunekawa, Oxidation Control in Formation of NiAl Coatings by Reactive Suspension Plasma Spraying, The International Conference on Materials Processing Technology 2013 (MAPT2013), June 27-28, 2013, Bangkok, Thailand

J.H.Kong, M.Okumiya, Y.Tsunekawa, Diffusion Bonding Process of Pure Titanium and Aluminum by using Barrel Nitriding, AES-ATEMA ' 2013, June 3-7, 2013, Montreal, Canada

Y.Kohara, M.Okumiya, Y.Tsunekawa, Growth Characterization of Carbon coating through Carburizing and Nitriding, AES-ATEMA ' 2013, June 3-7, 2013, Montreal, Canada

末次晋平, 恒川好樹, ソノ凝固による過共晶 Al-Si-Cu 合金のヘテロ構造, 日本鑄造工学会第 162 回全国講演大会, May 26, 2013, 山梨大学

松原由宣, 恒川好樹, 亜共晶 Al-Cu 合金のソノ凝固, 日本鑄造工学会第 162 回全国講演大会, May 26, 2013, 山梨大学

Y.Furukawa, Y.Tsunekawa, Key Issues for Quality Stabilization of Aluminum Die-Casting, American Foundry Society, 117th Metalcasting Congress, Apr. 7, 2013, St. Louis, USA

恒川好樹, 超音波溶湯処理した Al-Si-Fe 合金ビレットを用いる半溶融ダイカスト, 日本鑄造工学会ダイカスト研究部会, Mar. 18, 2013, 名古屋市

恒川好樹, シリンダーブロックの開発とその後, 日本鑄造工学会東海支部講演会, Feb. 14, 2013, 浜松市

Y.Tsunekawa, Semisolid Centrifugal Casting with Graded Primary Silicon Particles, Memorial Workshop in Gyeongsan National University, Oct. 26, 2012, Jinju, Korea, Invited.

Y.Tsunekawa, Improvement of Wettability and Selective Incorporation of Reinforcement by Electromagnetic Force, 12th International Symposium on Aerospace Technology (ISAT2012), Oct. 25, 2012, Sacheon, Korea, Invited.

Y.Tsunekawa, Thixoforming with Hypoeutectic Al-7wt%Si Alloy Billets Containing Different Amounts of Impurity Iron, Metal Forming 2012, Sep. 17, 2012. Kraków, Poland

S.Suetsugu, Y.Tsunekawa, Semisolid Die-casting of A390 Alloy through Ultrasonic Melt Treatment, Junior Euro Mat

2012, July 23-27, 2012, Lausanne, Switzerland

Y.Tsunekawa, K.Nakamoto, M.Okumiya, Intermetallic Compound Coatings Formed by Reactive Suspension Plasma Spraying with Elemental Powders, Surface Modification Technologies 26, June 20-22, 2012, Ecole Centrale de Lyon, France

Y.Tsunekawa, Centrifugal Thixocasting with Ultrasonically Melt-treated Hypereutectic Al-Si Alloy Billets, The 70th World Foundry Congress (WFC), 2012.4.25, Monterrey, Nuevo Leon, Mexico

本村隆寛, 恒川好樹, 超音波溶湯処理ビレットを用いる鉄含有 Al-Si 合金の半溶融鋳造, 塑性加工学会半溶融・半凝固加工分科会研究会, 2012.3, 早稲田大学, 東京都

T.Motomura, Y.Tsunekawa, Semi-solid Casting with Ultrasonically Melt-treated Billets of Al-7mass%Si Alloys, The 11th Asian Foundry Congress (AFC-11), Nov.12-15, 2011, Guangzhou, China

⑪ S.Suetsugu, Y.Tsunekawa, M.Okumiya, Crystallization of Hetero-structure in Hypereutectic Al-Si Alloy through Sono-solidification, The 4th Korea-Japan Workshop for Young Foundry Engineers (Korea Foundry Society), Nov. 10-11, 2011, Gyeongju, Korea

⑫ 末次晋平, 恒川好樹, 奥宮正洋, ソノ凝固による過共晶 Al-Si 合金のヘテロ構造制御, 2011 年度軽金属学会東海支部ワークショップ (軽金属学会東海支部), Oct. 2011, 名古屋大学

6. 研究組織

(1) 研究代表者

恒川 好樹 (Tsunekawa Yoshiki)
豊田工業大学・工学部・特任教授
研究者番号: 50148350

(2) 研究分担者

なし