

# Al-Si 傾斜機能材料の作製とその半溶融 加工条件最適化に関する研究

Studies on Manufacturing of Al-Si Functionally Graded Material  
and Its Optimization of Semi-Solid Forming Conditions

2014年3月

奈良 大作

# 目 次

第 1 章 緒 論	1
1.1 研究の背景	2
1.2 半熔融加工法とその加工技術の現状	7
1.3 傾斜機能材料	12
1.3.1 FGM 製造技術の現状	15
1.4 本研究の目的と論文の構成	19
参考文献	21
第 2 章 Al-Si 傾斜機能材料の作製と組織	25
2.1 はじめに	26
2.2 真空遠心鑄造装置の構成	28
2.3 FGM 供試材	31
2.4 真空遠心力法による FGM の作製	33
2.5 FGM 供試材の組織	36
2.6 まとめ	40
参考文献	41
第 3 章 後方押し出し法における FGM の加工特性	43
3.1 はじめに	44
3.2 半熔融後方押し出し加工手順	45
3.3 実験結果及び考察	48
3.3.1 油圧プレスによる後方押し出し加工	48
3.3.2 圧縮速度一定の後方押し出し加工	52
3.4 Si 粒子微細化要件について	55

3.5	まとめ	58
	参考文献	59
<b>第4章 落下鍛造型試験機による半溶融過共晶 Al-Si 合金</b>		
	の粘性測定	60
4.1	はじめに	61
4.2	実験方法	63
4.2.1	落下鍛造型粘度計	63
4.2.2	供試材と試験片	63
4.2.3	計測手順	66
4.3	解析方法	67
4.3.1	粘性係数	67
4.3.2	せん断速度	68
4.4	実験結果及び考察	69
4.4.1	円柱試験片の変形	69
4.4.2	粘性係数とせん断速度関係	71
4.5	変形時間と粘性係数関係	76
4.6	まとめ	81
	参考文献	82
<b>第5章 ウェーブレット解析による半溶融加工条件の最適化</b>		
5.1	はじめに	84
5.2	実験及び解析方法	86
5.2.1	供試材と半溶融加工実験装置	86
5.2.2	ウェーブレット解析	88
5.3	ウェーブレット解析の実装	89

5.3.1	半熔融加工開始点の検出	89
5.3.2	閾値の決定	92
5.3.3	半熔融加工実験	94
5.4	実験結果と考察	95
5.4.1	半熔融加工後の試験片の様相	95
5.4.2	Si 粒子微細化の評価	101
5.5	まとめ	104
	参考文献	105
<b>第 6 章 結 論</b>		<b>106</b>
	謝 辞	110

# 第 1 章 緒 論

1.1 研究の背景

1.2 半熔融加工法とその加工技術の現状

1.3 傾斜機能材料

1.3.1 FGM 製造技術の現状

1.4 本研究の目的と論文の構成

参考文献

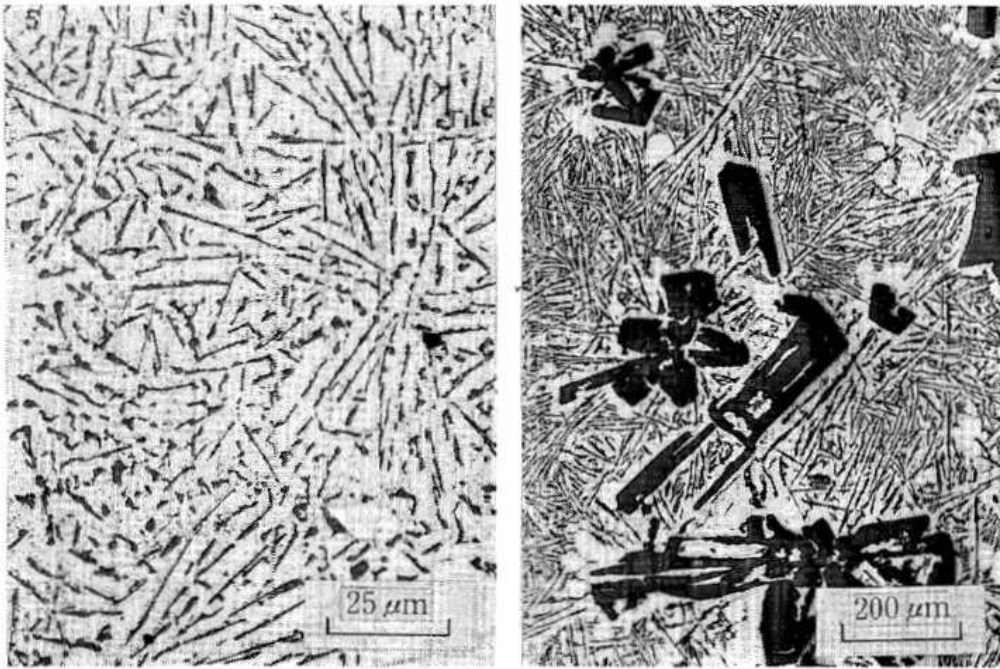
# 第 1 章 緒 論

## 1.1 研究の背景

アルミニウム合金は比重が小さく軽い，比強度（単位重量当りの強度）が大きい，耐食性が良好，熱伝導率が大いなど多くの利点を持つことから，自動車や建材部品など様々な分野で利用されている<sup>(1)(2)</sup>．例えば，自動車産業においては，低燃費を達成する有効な対策の一つに軽量化があるため，低密度材料への置換が重要になっている．従来使用されてきた材料やその他の材料と総合的に比較し，アルミニウム合金が燃費向上を達成するうえで優れた特性を持つことから，多くの部品で使用できる可能性が追求されている．なかでも自動車の性能を左右するエンジン関係部品には，軽量で良好な機械的特性，経済性などの視点に基づき，鍛造性が良好で高温強度，低熱膨張係数，耐摩耗性に優れた Al-Si 系材料をベースとした鋳物用アルミニウム合金が広く使われている<sup>(3)</sup>．エンジン部品の長寿命化を図る観点から，高耐摩耗性を得るためには，11.6 mass% Si 共晶組成以上の過共晶 Al-Si 合金を用いることが望まれるが，図 1-1 で示すように共晶組成付近で析出する共晶 Si は針状（図 1-1(a)）であり，また 15 mass%Si 以上では初晶 Si は粗大な塊状に成長しやすく（図 1-1(b)），じん性や被削性を著しく低下させてしまうという欠点がある．一般に金属の強度は，転位密度の大小によって左右され，実用金属では転位を消滅することは不可能であるため，転位密度をあげ，その移動を拘束することで機械的性質の向上を図っている．何故なら，転位の集合体である結晶粒界が多いほど，また結晶粒径が小さいほど材料を変形させるために必要な応力，すなわち変形抵抗が増加するからである．このような関係は，ホールペッチ（Hall-Petch）の法則として知られており，以下の式で表される．

$$\sigma = \sigma_0 + kd^{-1/2} \quad (k, \sigma_0 : \text{定数}) \quad (1-1)$$

ただし， $\sigma$ は降伏応力， $d$ は結晶粒径， $\sigma_0$ と $k$ は材料によって決まる定数である．これまでに，11.6 mass% Si の共晶組成は，金属 Na 添加による改質処理



(a) 12.6 % Si eutectic structure

(b) 18 % Si hypereutectic structure

Fig.1-1 Micrograph showing the typical morphology of Al-Si alloy<sup>(3)</sup>.

によって見かけ上の共晶組成を Si 側に移動させることにより、15 mass% Si 以上にならないと初晶の Si は出現せず、しかも Si 結晶は微細化することが明らかにされている。過共晶組成の 15 mass% Si 以上では、リンの添加処理効果による初晶 Si の微細化機構が知られており、このような改質処理による優れた機械的性質の獲得を目指す研究が数多く行われてきている<sup>(4)-(13)</sup>。

製造現場における環境対策の面からも、これまで主流であった鑄鉄製のエンジンプロックは減少の一途であり、その代替材料として Al-Si 系材料がその優れた特性を活かし自動車のエンジン関係部品で利用されるようになってきている。しかし、多くのエンジンプロックはアルミニウム合金製の本体に鑄鉄製のスリーブを摺動面に使用しており<sup>(14)</sup>、全てアルミニウム合金製のエンジンプロックは少ないのが現状である。全てがアルミニウム合金製のエンジンプロックの実用例では、鑄鉄スリーブを使用せずに摺動面を得る技術として、繊維強化などの表面改質、あるいは分散メッキ、溶射などの手法が用いられている<sup>(15)</sup>。また摺動面に付加的な処理を必要としない技術として、17%Si 含有過共晶 Al-Si 合金 (A390 合金) を使用し、低圧 (LP) 鑄造により製造する大型車用のアルミニウム合金製のシリンダがある。また、Al-20%Si 合金を使用したメッキレス、スリーブレスのオールアルミニウムシリンダ「DiASil (Die Casting Aluminum-Silicon) シリンダ」をヤマハ発動機 (株) は開発し、主にバイク用エンジンで実用化している<sup>(16)</sup>。しかし、いずれの場合も製造技術にそれぞれ特有の問題があり、この技術をそのまま普及させることは困難である。例えば、前者において、低圧鑄造による製造法では薄肉鑄物の製造が困難で、サイクルタイムが長いという欠点がある<sup>(17)</sup>。そして、後者では高真空ダイカストを発展させた独自の CF ダイカスト技術<sup>(18)(19)</sup>の確立によって得られた実用例であり、高品質、高生産性を得ることはできるが、一般的な金型鑄造より金型にかかるコストや大型の設備導入費が高価であり、また、安定した品質を保持し、量産するためには生産管理を複雑化させてしまう<sup>(20)(21)</sup>ことも欠点の一つとなっている。鑄造及びダイカスト技術の発展に伴い、アルミニウム合金



製のシリンダブロックに関して様々な研究開発が行われているが、多くは費用対効果の面で阻まれており、鋳鉄スリーブからの置換が進まず、エンジン製造技術の主流に至っていない。

一方、アルミニウムの優れた特性を活かすための研究として、私たちは Al-金属間化合物や Al 基複合材料、Al 基傾斜機能材料 (Functionally Graded Material : FGM) を用いて要素・構造用材料としての実用化を目指した研究を行ってきた<sup>(22)-(24)</sup>。Al 母相中に初晶の Si 粒子が分散している過共晶 Al-Si 合金は、Si の低密度、高耐摩耗性、低熱膨張係数、高温強度など優れた特性の活用が期待される金属基複合材料の一つである。本論文の発端は、過共晶 Al-Si 合金で作製した Al-Si FGM 及び Al-Si 複合材料を半熔融加工し、エンジンプロックなどの内燃機関材料に活用することを目指したものである。アルミニウムの密度が小さく軽い、熱伝導率が大きいという特性と、シリコンの低密度・高耐摩耗性といった特性を組み合わせ FGM 化または複合材料とし、新たな材料を開発することで、現状の技術を飛躍的に向上させることを目論んでいる。例えば、過共晶 Al-Si 合金を FGM 化し、内側に Si 粒子を分布させ、外側にいくにつれ Al リッチ相となるような傾斜組織を作ることができるならば、一般に広く使用されている鋳鉄スリーブに代わる新たなシリンダライナとしての活用が見込めるであろう。このことは単に材料の置き換えに過ぎないので、生産工程の大幅な変更を伴わず、容易に転用することが可能となる。さらには摺動面の耐摩耗性や熱伝導率などの向上により長寿命化が期待できるし、軽量化による燃費向上の一助となるはずである。また、過共晶 Al-Si 合金の普及を妨げる要因の一つである粒子粗大化は、半熔融加工を施すことにより、Al-Si FGM 及び Al-Si 複合材料の粗大な Si 粒子を微細化することができると考えている。微細な Si 粒子の分散によって、優れた機械的性質を獲得できるので、シリンダライナのみならず、その他内燃機関材料や摺動部の耐摩耗性改善、軽量化が必要とされる部品など多岐に渡る活用が期待できる。

よって、本論文では過共晶 Al-25 mass % Si 合金を用いて作製した Al-Si FGM

と Al-Si 複合材料を供試材料とし、半熔融加工による第二相粒子微細化の効果を検討するとともに、その加工特性を評価した。本研究により半熔融加工における微細化の過程を明らかにし、Al-Si FGM 及び Al-Si 複合材料へ適用することができれば、粒子微細化による優れた機械的性質を持ち合わせた機能性材料ができると考えられる。このことは、半熔融加工の適用が過共晶 Al-Si 合金の用途を広げ、要素・構造材料として実用化の可能性を示すことができるということの意味する。本論文は、以上の観点から、過共晶 Al-Si 合金を用いた Al-Si FGM と Al-Si 複合材料の実用化を目指して行った実験的な検討を通じて得られた成果を総括したものである。

## 1.2 半熔融加工法とその加工技術の現状

材料から所要の形状寸法の部品や製品を得るための加工法は、成形加工、除去加工および付加加工の三つに大別することができる。成形加工には、鋳造、塑性加工、粉末成形、射出成形などがあり、型を使用して成形を行うため、同一の機械部品を効率よく大量に生産するのに適している。また、材料のロスが少なく、ほぼ最終製品の形状・寸法に近いニアネットシェイプ加工ができるという特徴を持つ。比較的新しい成形加工法として注目されている半熔融加工法は、金属材料の加熱により材料内部で液相成分と固相成分とが共存する固液共存状態時に成形加工を行う方法である。半熔融加工法の基本的概念は 1970 年代始めに MIT の Flemings らによって提唱され<sup>(25)</sup>、今日まで半熔融加工に関し様々な視点から数多くの研究がなされている<sup>(26)-(37)</sup>。固液共存状態での金属材料を取り扱う成形加工技術は、主にレオキャストリング法（半凝固加工法）とチクソキャストリング法（半熔融加工法）に大別される。図 1-2、図 1-3 にレオキャストリング法とチクソキャストリング法の概略図をそれぞれ示す<sup>(25)(35)</sup>。レオキャストリング法で取り扱う半凝固金属は、熔融した溶湯を機械的に攪拌しながら冷却し、発生したデンドライトアームを破碎し溶湯中に分散させ、熔融した液相成分と固相粒子との共存状態を創製したものである。一方、チクソキャストリング法における半熔融金属は、金属材料を常温から均一に加熱する過程の中で、共晶融点付近の液相と固相が共存した状態を創製したものである。半凝固・半熔融金属を用いる加工法により、その利点を活かした様々な効果が期待されており<sup>(31)(34)</sup>、なかでも、鋳造では得られない優れた機械的性質の獲得と、塑性加工では困難なニアネットシェイプ成形が可能であるという利点を持っている。また、半熔融加工は固液共存状態で加工を行うため、従来の加工法では困難であった難加工材にも適用可能ということも興味深い利点の一つである。

半凝固・半熔融金属を用いた成形加工法について、これまで多くの研究開発が行われてきている。私たちはこれまで、半熔融加工法を用いた成形加工に着目し、

Al-金属間化合物や Al 基複合材料などの難加工材を対象に研究を進めてきている。半熔融金属を扱う成形加工法の代表的な製造技術には以下の方法がある<sup>(34)</sup>。

#### 1) 半熔融圧延法

一般に板材を用いて圧延加工を施す方法で、圧延機の入り口側に設置された加熱炉により金属素板を均一に加熱し、半熔融状態とした後、ロール間へ送り込み圧延する方法である。素板の固相率の高低により、ロールバイト内での素板の変形・流動挙動が異なるため、高固相率下での圧延を除き、その内部構造は板厚方向で不均一性を有するのが一般的である。

#### 2) 半熔融鍛造法

加工対象であるビレットを半熔融状態まで加熱した後、金型内へ挿入し、圧縮成形、主として密閉形型鍛造を施し、製品にする方法である。半熔融圧延と同様に、外力の付加に伴い、ビレット内部の液相成分単独の流動と表面からの流出が起りやすく、流出した液相成分はビレットの表面に集積する。そのため、その内部構造は不均一性を伴うことが多い。

#### 3) 半熔融押し法

半熔融押し法の原理は、熱間押し加工と基本的には同じであり、加熱炉によって半熔融状態に加熱されたビレットをコンテナに挿入し、ポンチにより圧縮荷重を加え、ダイスを通して押し製品へとする方法である。押し法の場合、コンテナによって拘束されているので変形・流動の自由度が低く、内部の固相・液相成分が単独で流動しにくい。従って、固相・液相成分がほぼ均一に流動するため、均一な内部組織を得やすく、安定した加工を行える。

#### 4) 半熔融ダイキャスト法

プラスチックなどの射出成形法と同様な原理の方法で、ペレット状またはフレーク状の金属素材をホッパーに介して高温スクリュウ混錬機へ導き、半熔融状態に加熱して混錬した素材を混錬スクリュウをそのままラムとして用い、ノズルを通じて金型内へ高速で射出成形し凝固させ製品とする方法である。製品品質の向

上や高生産性の達成などの効果が期待されることから、様々な分野での応用が注目されている技術である。

以上、代表的な半溶融成形技術をもとに、近年、多くの応用研究がなされており、半溶融加工の特徴や利点を活かした実用化例が挙げるとともに、新たな加工方法として確立しつつある。

上述した半溶融加工法は、主に機械的な攪拌によって初晶デンドライトを破碎し分散させた半溶融スラリーを用いた加工法である。本研究では、過共晶 Al-Si 合金インゴットから直接切り出した試験片と、作製した Al-Si FGM から切り出した試験片を用いて、加熱炉内で常温から均一に加熱し半溶融状態とした後、圧縮成形するチクソフォーミング法を用いて実験を行った。

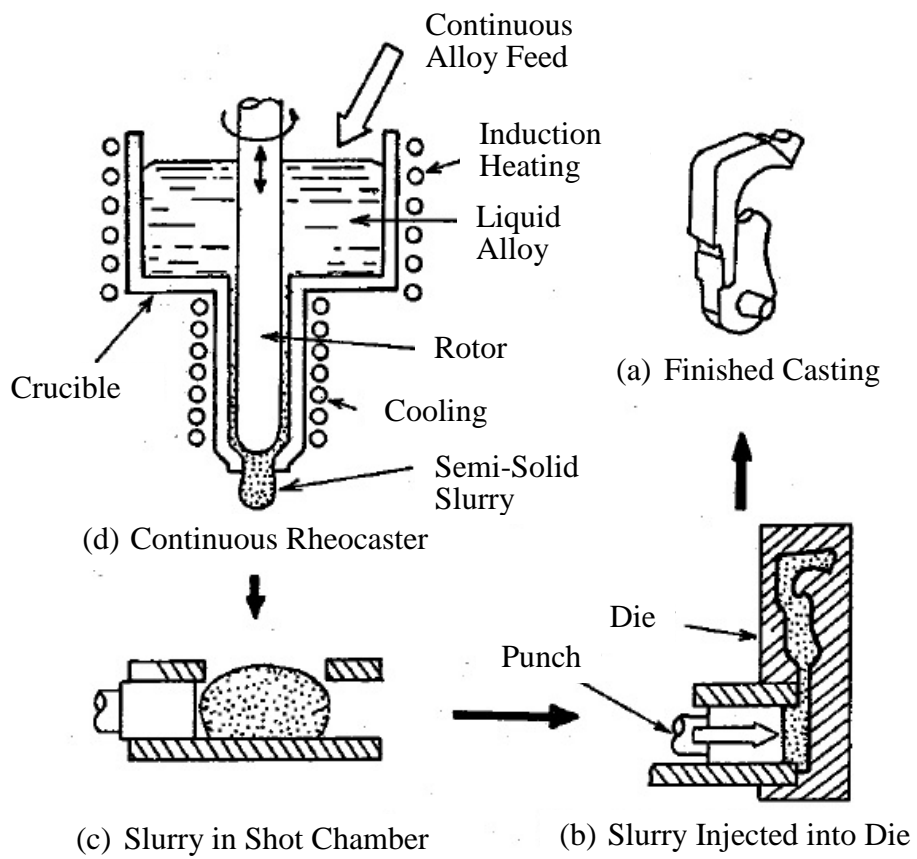


Fig.1-2 Schematic of the Rheocasting process<sup>(25)(35)</sup>.

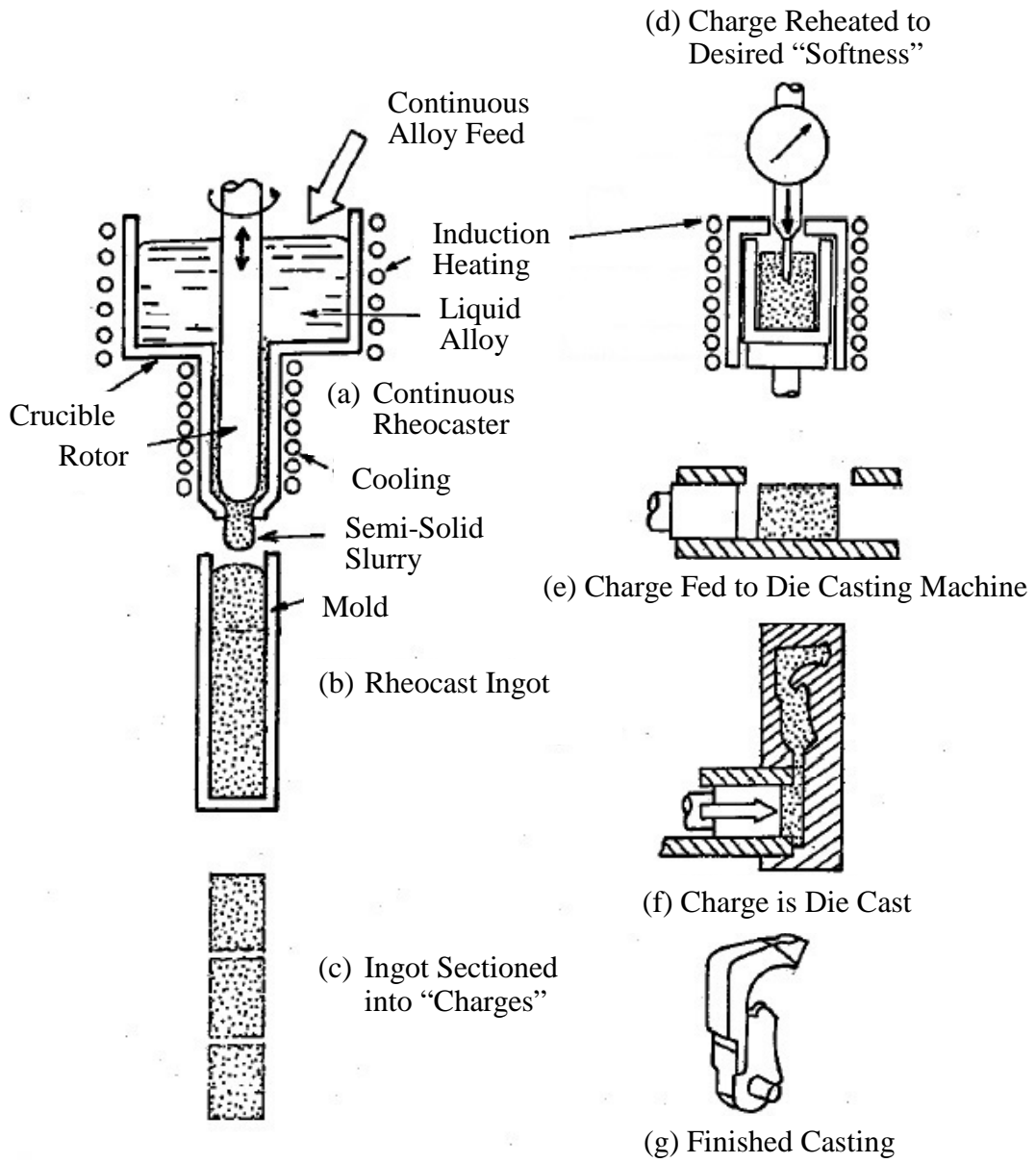


Fig.1-3 Schematic of the Thixocasting process<sup>(25)(35)</sup>.

### 1.3 傾斜機能材料

本研究では、過共晶 Al-Si 合金の用途を広げるため、その方法の一つとして Al-25 mass% Si 合金を用いて傾斜機能材料 (Functionally Graded Material : FGM) の開発を試み、要素・構造用材料としての実用化を検討している。傾斜機能材料とは、材料設計の概念に基づき、構成要素を機能の要求に応じて連続的に変化させていく材料である。一般的な均質材料では得られなかった機能の有効利用を図ろうとする概念の材料であり、FGM は複合材料を上回る可能性を持つ材料として、さまざまな分野で注目されている<sup>(38)-(40)</sup>。これまで材料開発の現場では均質性や界面が重視され、不均質なものを均質へと近づけることで、一般的な構造用材料として利用してきた。私たちが生活する自然界では、不均質であるが規則性があり、それにより優れた機械的特性を天然にして持ち合わせ、その構造を生きる術とし知らぬままに活用されているものがある。例えば、生物でいうと骨や歯、貝殻などであり、植物では竹の内部構造が代表的なものとして挙げられる。いずれも規則的な不均一さ、すなわち二つ以上の成分特性が傾斜化した構造によって、優れた強度や耐久性を持っており、環境に適した構造へと進化を遂げている。

当初、スペースプレーン (宇宙往還機) の熱応力緩和を目的として考案された FGM は、新しい概念の材料として日本で提唱され、1987 年に初めて FGM の報告がされて以来、多くの研究が行われている。スペースプレーンの構想の中で、耐熱材料の開発がポイントとなっていた。飛行中の空力摩擦により機体温度が 2,000K に達し、機体内外の温度差が 1,000K 程度となる過酷な条件下において、使用されていた金属-セラミックスの複合材料では、大きな温度差による熱応力への耐久性が問題視され、従来材料によって克服することは困難であった。このような問題の解決が発端となり、材料内部で組織や組成を連続的に変化させ、異種材との界面をなくし、機能を傾斜化させるという発想から、現在の FGM 開発へと至っている。スペースプレーンの例において、熱応力緩和を達成させようとする場合、一つの材料に耐熱性と冷却機能を付加させる必要がある。従来、利



用されてきた複合材料は混合型と積層型に大別される<sup>(41)</sup>。図 1-4(a) で示すように母材に粒子や繊維を均一に分散させ、弾性率や熱伝導率等の材料特性を微視的観点で見ると非均質であるが、巨視的にみると均質とみなせるものが混合型複合材料である。これに対し、熱応力緩和の問題点であるような、均質材料では克服困難な要求を満足させる方法として、図 1-4(b) で示す異種材料の接合あるいは被覆により、材料の表と裏とで与える性質を積極的に変えた巨視的な非均質材料が積層型複合材料である。しかしながら、巨視的に均質と見なす混合型複合材料では、要求される耐熱性や機械的特性を満足させることは困難であるし、また、積層型複合材料においては、異種材料接合による界面の存在が大きな問題となる。それは界面において二つの材料特性が不連続的に変化するため、材料製造時や材料使用時の熱履歴によって、熱ミスフィットによる熱応力が起因し、剥離や割れが発生することは容易に推測できる。

これらの欠点は、異相界面を持たない混合型と、材料の表裏で異なる特性をもつ積層型両方の利点を活かすことで克服可能と考えられ、このような観点から図 1-4(c) で示すような材料特性を厚み方向で連続的に変化させる FGM が考案された。この新しい概念の材料により、耐熱性や冷却機能の二つの特性を持ちながら、異相界面が存在せず連続的な傾斜構造により、熱履歴を受ける環境下においても剥離や割れが発生しないという優れた特徴を持つ。

FGM は宇宙開発のみに限らず、その優れた特徴から多方面での活用が期待されている。例えば、エネルギー関連分野や医学・生体分野、電気・電子関連分野への応用の可能性が考案されている。エネルギー分野の例についてみると、使用する装置部品に適用される材料が、長時間高温に曝されるとともに、腐食性の高い環境下での使用が余儀なくされる。このことは大きな温度差の影響にも耐えながら、過酷な雰囲気中でも長時間運転可能な材料を選定する必要がある。そこに FGM を適用できれば問題解決への一途となり得る。また、医学・生体分野においては人工歯根や人工骨、電気・電子関連分野では各種電子部品や半導体への応用

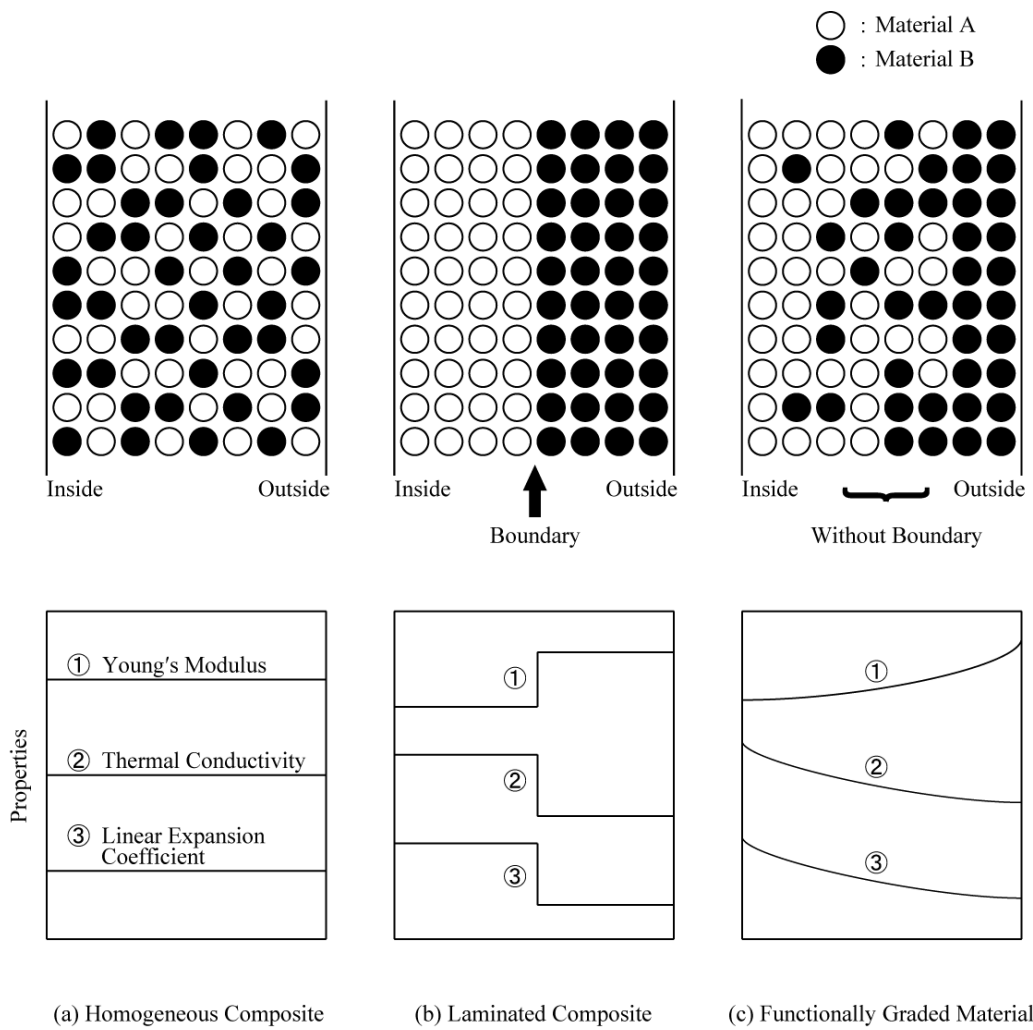


Fig.1-4 Variations of the structure of the section and material properties on homogeneous composite, laminated composite and functionally graded material.

が検討されている。この他に多くの分野での可能性が見出されており、切削工具<sup>(42)</sup>や腕時計の表面処理技術<sup>(43)</sup>など多方面で実用化に至っているが、製造方法や評価技術といった面で問題点も多く、研究開発途上というのが現状である。

### 1.3.1 FGM 製造技術の現状

熱応力緩和を目的とし、日本で初めて提唱された FGM は応用分野の拡大とともに、その目的に見合った製造技術確立のため多くの研究がなされている。しかしながら、様々な分野での活用が期待される FGM は、これまでの研究により実用化に向けた多くの成果が上がってきているが、まだまだ未知の部分も多く、解決すべき課題も残っている。新たな FGM を設計し、実用化を模索していく過程の中で起こり得る課題として、使用する材料固有の特性を活かした最適な組み合わせを探すのが難しく、従来の均質材とは違い、評価技術が確立されていないため、合成の最適条件を決定することは困難である。また、異種材各々の物性を把握しながら、設計に応じた組成傾斜へと制御する必要があるため、目的に適した製造方法を確立し、適切な製造工程を検討しなければならない。このような課題克服を目指し、今までに検討されてきた FGM の製造技術は多岐にわたる。以下に、これまでに提案された代表的な FGM 製造例<sup>(38)(39)</sup>を簡単に紹介する。

#### 1) 化学蒸着法 (Chemical Vapor Deposition : CVD 法)

主として金属元素・半金属を含むハロゲン化合物のガスを加熱分解することによって生じた目的の金属あるいは化合物を、基材面上に析出させる化学的プロセスで FGM とする方法である。CVD 法の装置は比較的簡単であるが、均一で緻密な被膜を得るための条件制御が困難である。

#### 2) 物理蒸着法 (Physical Vapor Deposition : PVD 法)

固体原料 (金属) を加熱蒸発させたり、あるいは固体に粒子を衝突させ原子・分子状にした後飛散させ、基材面上に堆積させて皮膜を作成する物理的プロセスで FGM とする方法である。よく知られた PVD 法には、真空蒸着法、スパッタリ

ング法，イオンプレーティング法がある．種々の固体に適用可能であるが，皮膜精製速度が遅く，膜の厚さも薄い，組成制御が確実にできるという利点がある．

### 3) 粒子配列法

粉末冶金法の原理を応用したもので，金属やセラミックスの粉末を組成傾斜に合わせて何種類も調合し，あらかじめ定めた組成傾斜に従って押型内に積層充填したプリフォームを作製し，圧密，焼結というプロセスを経て FGM とする方法である．金属粉末，セラミックス粉末，あるいはウイスカのような粒子状物質を一定の組成傾斜に従って材料内部に配列するので，粒子配列法と呼ばれている．冷間静水圧圧縮法（Cold Isostatic Press : CIP 法）で成形し常圧焼結する方法，熱間静水圧圧縮法（Hot Isostatic Press : HIP 法）および，加圧しながら焼結するホットプレスを利用する方法がある．この方法の欠点は積層ゆえに不連続界面が存在すること，低融点と高融点の材料の組み合わせに適用できないことが挙げられる．

### 4) プラズマ溶射法

普通の溶射トーチを用いて基材面に，トーチノズルより噴出するプラズマジェット中にあらかじめ定めた組成傾斜にしたがって金属とセラミックス粉末を別々に送給するか，あるいは組成傾斜にしたがって混合比を変化させて混合粉末を送給することにより傾斜組成を有する皮膜を作製し FGM とする方法である．2 台のプラズマトーチを基材面の溶射積層地点に，それぞれのノズルの中心軸が一致するように設置し，異種材料をそれぞれの適正条件で同一地点に同時に溶射して，複合組成の皮膜を形成するプラズマツイントーチ溶射法と，単一のプラズマトーチに設けた複数の原料粉末投入孔から金属粉末とセラミック粉末を同時にプラズマ炎中に供給する減圧プラズマ溶射法がある．プラズマツイントーチ溶射法では，2 台のプラズマトーチを独立に制御するので，それぞれの材料の特性に適合した溶射条件が選定でき，また，両トーチの相対位置を調整することにより基材面の同一地点に金属とセラミックスとが同時に溶射積層できる．減圧プラズマ溶射法は，制御した雰囲気下で溶射を行うので，粒子の酸化を抑制でき，プラズマ炎の

出力調整が容易で溶射面積を広く調整できることから、大面積均質皮膜形成可能という特徴を持つ。

#### 5) 粒子噴射法

粒子配列法とプラズマ溶射法との利点を組み合わせたような方法で、粉末の混合比を連続的に変化させた懸濁液を液体スプレー積層装置で直接積層させて得られる積層体を、前述した CIP 法で成形後、HIP 法で焼結し FGM とする方法である。懸濁液の混合比をコンピュータ管理することで再現性の確保が容易であるが、積層体の表面性状が必ずしも平らにならないという欠点がある。しかし、金属とセラミックスの混合粉末のサスペンションを、両種粉末の混合比を連続的に変化させながら堆積することが可能である。

#### 6) 薄膜積層法

金属とセラミックスの粉末から薄膜を作り、それを積層することによって、膜と垂直な方向に組成勾配を持つ FGM を作製する方法である。材料の厚さは「膜」というより「シート（薄板）」と呼ぶべきものであるが、「薄板」という漢字は平坦な印象を与えるため、弾力性のある薄膜の表現をとっている。この方法では金属とセラミックスの混合スラリーを作ったのち、原料粉から作ったスラリーより連続的にシートを作製するドクターブレード法によりグリーンシートを作製する。種々の組成のシートを作製し、これらを目的とする組成傾斜になるように積層し、脱脂、焼結を行うことで FGM を作製できる。この方法の利点としては、簡単に均一な厚さで大きな薄膜を作製でき、また、一度スラリー化することにより、マクロ的にもミクロ的にも偏析や欠陥の少ない膜を作れることである。

#### 7) SHS (Self-propagating High-temperature Synthesis) 法

自己発熱反応法、あるいは燃焼合成法ともいわれ、構成元素からの直接合成で放出される大量の反応熱を積極的かつ効率的に利用する材料合成法である。原料粉体の局所に着火すると、局所において合成反応を生じ、同時に反応熱が発生する。この反応熱が近接した層の化学反応を次々に誘発し、自発的に合成反応が伝

播していく。SHS 法は高速反応のため、成分元素の拡散が抑制され傾斜組成が保たれやすく、エネルギー効率も高い利点がある一方、目的とする FGM を作製するためには、設計通りに原料粉末を傾斜組成に積層する必要がある。

#### 8) 放電プラズマ焼結法 (Spark Plasma Sintering method : SPS 法)

パルス通電法、あるいはパルス通電加圧焼結法ともいわれ、先進材料合成分野で注目されている比較的新しい焼結法である。最初に、所定の組成傾斜を持つ圧粉体を粉末冶金法の原理を応用してあらかじめ作製し、この圧粉体粒子間隙に直接パルス状の電気エネルギーを投入し、火花放電現象により瞬時に発生した放電プラズマの高エネルギーを効果的に利用して焼結させる方法である。

#### 9) 遠心力法

遠心鑄造法の原理を応用したもので、溶湯中の構成元素間の密度の差に起因する遠心力の差を利用して組成傾斜を創製し FGM とする方法である。金属とセラミックス粉末のような懸濁液を用いる方法と、合金溶湯から直接析出する粒子を傾斜分布させる方法とがある。他の方法と異なり、相対的に大きな寸法のを大量かつ安価に製造し得る特徴を持つ。しかし、この方法で作製した FGM は、析出した第二相粒子が粗大化してしまうという欠点もある。

以上、現在考案されている FGM 製造の代表的な例を挙げ説明したが、この他にも数々の製造方法が提案されており、形成される組織や特性、材料の大きさや厚さなど様々な条件に応じた FGM の研究開発が試みられてきている。

## 1.4 本研究の目的と論文の構成

本研究は、過共晶 Al-Si 合金の優れた特性に着目し、要素・構造用材料としての用途を広げることを目的とし、難加工材への適用が可能な半熔融加工法を用いて、遠心力法で作製した Al-Si FGM と Al-Si 複合材料の基礎実験を行っている。その研究手法として、優れた機械的特性の獲得が期待される半熔融加工の有効性を加工特性や最適加工条件に着目して検討を行い、これらの結果を考察して実用化に向けた可能性を明らかにした。

本論文は6章からなっていて、以下にその概略を示す。

第1章は「緒論」であり、本論文の位置付け、意義、目的及び論文の概要について述べている。

第2章は「Al-Si 傾斜機能材料の作製と組織」であり、過共晶 Al-25 mass% Si 合金を用いた真空遠心力法による傾斜機能材料の作製プロセスについて述べた。また、作製した厚肉円筒管の組織傾斜について観察を行い、その体積分率は管の外周側が軽くて Si 含有量が多い約 60 mass% Si, 内周側が重くて Si 含有量が少ない約 15 mass% Si という結果を得た。この Si 分布は作製時の予測とは異なるものであり、この結果に至った原因を Si 密度の温度依存性に着目し、Al-Si FGM における Si 粒子の分布形成過程について考察した。

第3章は「後方押し出し法における FGM の加工特性」であり、過共晶 Al-Si 合金の優れた特性を活用する可能性を検討するため、作製した Al-Si FGM を供試材として後方押し出し半熔融加工試験を行った。ニアネットシェイプ加工の後方押し出し加工により作製した FGM カップは、580°C から 590°C の溶解金属と固体 Si が混在する温度範囲でうまく作製され、凝集した Si 粒子の平均含有率は、底の部分で 70 mass% Si, コンテナ壁に沿って押し出された部分では 15 mass% Si 程度となった。半熔融加工における Al-Si FGM 中の Si 粒子微細化には、塑性流動と粘性流動の複合効果が考えられ、Al-Si 共晶組成融点直上の 580°C 付近での加工が要素・構造用材料としての実用化に適した条件であることを示した。

第4章は「落下鍛造型試験機による半熔融過共晶 Al-Si 合金の粘性測定」であり、自製の落下鍛造型粘度計を用いた過共晶 Al-Si 合金の半熔融加工における変形挙動解析を目的とした。落下鍛造型粘度計では、初期に増加するせん断速度域で粘性係数が減少し、その後のせん断速度の減少に伴い粘性係数が増加に転じるという特性を示した。粘性係数  $\mu$  とせん断速度  $\dot{\gamma}$  との関係は、両対数グラフ上で直線関係となり、 $\mu = 1.78 \times 10^7 \dot{\gamma}^{-1.5}$  [Pa·s] と整理することができる。また、変形の実効時間 vs 粘性係数の関係は凸型状曲線となり、実行時間はせん断速度  $70 \text{ s}^{-1}$ 、粘性係数  $30 \text{ kPa}\cdot\text{s}$  で最大値をとる。この結果より、粘性係数  $30 \text{ kPa}\cdot\text{s}$  は、塑性加工から鑄造へと主たる変形プロセスが遷移する点に相当し、半熔融加工の最適条件であると考察した。

第5章は「ウェーブレット解析による半熔融加工条件の最適化」であり、過共晶 Al-Si 合金の半熔融加工による材料の組織構造を微細化することができる最適加工条件の検知を目的とした。現状の温度制御方法では加工開始温度に誤差が生じるため、半熔融状態の最適加工温度を見極めることは困難である。その加工開始温度の検知方法として、ウェーブレット解析を適用し、固体から半熔融状態へと変化する Al-Si 合金ビレットの遷移点を検出する方法の検討を行った。ウェーブレット解析を実装した自製のシステムにより、一定負荷荷重下での温度上昇による Al-Si 合金の固体から液体への状態変化の不連続性をうまく検出することができた。その結果、最適条件下で圧縮したビレットは機械的特性の向上が期待される Si 粒子微細化の様相が確認でき、ウェーブレット解析の適用による半熔融加工条件評価法の有効性を明らかにした。

第6章は「結論」であり、第2章から第5章において得られた結果をまとめたものである。



## 参 考 文 献

- (1) (社) 日本アルミニウム協会, “現場で生かす金属材料シリーズ アルミニウム”, (2007), (株) 工業調査会.
- (2) 高橋恒夫, “JIS 使い方シリーズ 新版 非鉄金属材料選択のポイント 第2版”, (1984), 財団法人 日本規格協会.
- (3) 北岡山治, 藤倉潮三, 神尾彰彦, “Al-Si 系合金”, 軽金属, Vol.38, No.7 (1988), pp.426-446.
- (4) Kobayashi, K.F., and Hogan, L.M., “The crystal growth of silicon in Al-Si alloys”, *Journal of Materials Science*, Vol. 20, No. 6 (1985), pp. 1961-1975.
- (5) Criado, A.J., Martinez, J.A., and Calabres, R., “Growth of eutectic silicon from primary silicon crystals in aluminum-silicon alloys”, *Scripta Materialia*, Vol. 36, No. 1 (1997), pp. 47-54.
- (6) Chang, J., Moon, I., and Choi, C., “Refinement of cast microstructure of hypereutectic Al-Si alloys through the addition of rare earth metals”, *Journal of Materials Science*, Vol. 33, No. 20 (1998), pp. 5015-5023.
- (7) Nikanorov, S.P., Volkov, M.P., Gurin, V.N., Burenkov, Y.A., Derkachenko, L.I., Kardashev, B.K., Regel, L.L., and Wilcox, W.R., “Structural and mechanical properties of Al-Si alloys obtained by fast cooling of a levitated melt”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 390, No. 1 (2005), pp. 63-69.
- (8) 津村善重, “過共晶 Al-Si 合金に及ぼす P 及び Na の影響”, 軽金属, Vol.1956, No.19 (1956), pp.64-69.
- (9) 久恒中陽, 西田司, “過共晶 Al-Si 合金の初晶シリコンの微細化について”, 軽金属, Vol.15, No.3 (1965), pp.25-33.
- (10) 小綿利徳, 堀江皓, 平塚貞人, 千田昭夫, “過共晶 Al-Si 合金の初晶 Si 微細化に及ぼす希土類元素の影響”, 鋳物, Vol.66, No.11 (1994), pp.803-808.

- (11) 甲藤晴康, 橋本暁生, 北岡山治, 鞘師守, 塩田正彦, “P 添加過共晶 Al-Si 合金の初晶 Si 微細化の限界温度”, 軽金属, Vol.52, No.2 (2002), pp.18-23.
- (12) Jorstad, J.L., *ASM Handbook Volume 15: Casting*, (2008), pp. 263-265, ASM International.
- (13) Liao, H.C., Zhang, M., Bi, J.J., Ding, K., Xi, X., and Wu, S.Q., “Eutectic Solidification in Near-eutectic Al-Si Casting Alloys”, *Journal of Materials Science and Technology*, Vol. 26, No. 12 (2010), pp. 1089-1097.
- (14) 西田義則, “金属基複合材料入門”, (2001), (株) コロナ社.
- (15) 山縣裕, “過共晶 Al-20mass%Si 合金を用いたダイカストエンジンブロックの開発”, 軽金属, Vol. 54, No.7 (2004), pp.298-301.
- (16) 栗田洋敬, 山縣裕, “過共晶 Al-Si 合金製オールアルミシリンダーの開発”, *YAMAHA MOTOR TECHNICAL REVIEW*, No.38 (2004) .
- (17) 山縣裕, “アルミニウム車体及びエンジンブロックへの高品質ダイカスト技術の適用”, 鑄造工学, Vol.76, No.4 (2004), pp.272-277.
- (18) 山縣裕, “二輪車における鑄造品の適用動向”, 鑄造工学, Vol.76, No.12 (2004), pp.967-971.
- (19) 山縣裕, “二輪車設計から見たダイカスト技術の課題”, 鑄造工学, Vol.79, No.5 (2007), pp.251-258.
- (20) 佐藤理通, “自動車用鑄物部品の動向とこれからのものづくり”, 鑄造工学, Vol.76, No.12 (2004), pp.952-956.
- (21) 判恵介, “アルミニウム合金鑄物の最新製造技術”, 鑄造工学, Vol.76, No.12 (2004), pp.991-1001.
- (22) 福井泰好, 岡田裕, 熊澤典良, 渡辺義美, 山中昇, 清宮義博, “真空遠心力法による Al-Al<sub>3</sub>Fe 傾斜機能材料の作製とその機械的性質評価”, 軽金属, Vol.49, No.1 (1999), pp.35-40.

- (23) 福井泰好, 岡田裕, 熊澤典良, 渡辺義美, “半溶融加工を行った Al-Al<sub>3</sub>Ni 傾斜機能材料の摩耗特性”, 日本金属学会誌, Vol.72, No.7 (2008), pp.496-502.
- (24) Yamagiwa, K., Watanabe, Y., Matsuda, K., Fukui, Y., P. Kapranos, “Characteristics of a near-net-shape formed Al-Al<sub>3</sub>Fe eco- functionally graded material produced over its eutectic melting temperature”, *Materials Science and Engineering A*, Vol.416 (2006), pp.80-91.
- (25) M. C. FLEMINGS, R. G. RIEK and K. P. YOUNG, “Rheocasting”, *Materials Science and Engineering*, Vol.25 (1976), pp.103-117.
- (26) Ward, P.J., Atkinson, H.V., Anderson, P.R.G., Elias, L.G., Garcia, B., Kahlen, L., and Rodrigues-Ibabe, J-M., “Semi- Solid Processing of Novel MMCs Based on Hypereutectic Aluminum-Silicon Alloys”, *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol.44, No.5 (1996), pp. 1717-1727.
- (27) Solek, K., Mitura, Z., Kuzaik, R., and Kapranos, P., “The use of ADINA software to simulate thixocasting processes”, *Solid State Phenomena*, Vols. 116-117 (2006), pp.626-629.
- (28) 木内学, “半溶融金属の特性と塑性加工”, 日本金属学会会報, Vol21, No.7 (1982), pp.687-695.
- (29) 木内学, 福岡新五郎, “半溶融金属 (合金) の変形挙動”, 日本金属学会誌, Vol.14, No.6 (1975), pp.441-448.
- (30) M. C. FLEMINGS, “Behavior of Metal Alloys in the Semisolid State”, *METALLURGICAL TRANSACTIONS A*, Vol.22A (1991), pp-957-981.
- (31) 木内学, “半溶融／半凝固金属の変形特性”, 生産研究, Vol.52, No.9 (2000), pp.367-375.
- (32) 鎌土重晴, 小島陽, “軽金属の半凝固・半溶融加工”, 軽金属, Vol.50, No.12 (2000), pp.682-688.
- (33) 市川冽, “レオキャスト技術の現状”, 鉄と鋼, Vol.74, No.1 (1988), pp.51-60.

- (34) 木内学, “半熔融・半凝固加工技術の現状と将来”, 生産研究, Vol.42, No.6 (1990), pp.319-326.
- (35) 木内学, “半熔融加工法による複合材料の製造と加工”, 生産研究, Vol.34, No.6 (1982), pp.179-184.
- (36) 荒木孝雄, “複合加工技術”, 溶接学会誌, Vol.58, No.6 (1989), pp.419-426.
- (37) 茂木徹一, “軽金属の鋳造組織微細化機構とセミソリッド鋳造への応用”, 軽金属, Vol.62, No.10 (2012), pp.383-389.
- (38) (社) 未踏科学技術協会・傾斜機能材料研究会編, “傾斜機能材料” (1993), 工業調査会.
- (39) 五十嵐康・ほか 19 名, “幅広い分野に展開する傾斜機能材料の作り方と応用”, (2000), (株) ティー・アイ・シー.
- (40) 新野正之, 石橋賢諭, “傾斜機能材料の展望”, 日本複合材料学会誌, Vol.16, No.1 (1990), pp14-21.
- (41) 渡辺義美, 福井泰好, “アルミニウム基傾斜機能材料の遠心力法による創製と材料物性”, 軽金属, Vol.46, No.8 (1996), pp395-403.
- (42) 森口秀樹, ほか 5 名, “傾斜機能超硬工具材料の機能設計”, 粉体および粉末冶金, Vol.45, No.3 (1998), pp.231-236.
- (43) 新野正之, 木皿且人, “傾斜機能材料の現状と今後の展開”, 粉体及び粉末冶金, Vol.51, No.4 (2003), pp242-249.

## 第 2 章 Al-Si 傾斜機能材料の作製と組織

2.1 はじめに

2.2 真空遠心鑄造装置の構成

2.3 FGM 供試材

2.4 真空遠心力法による FGM の作製

2.5 FGM 供試材の組織

2.6 まとめ

参考文献

## 第 2 章 Al-Si 傾斜機能材料の作製と組織

### 2.1 はじめに

私たちの研究室では遠心力法により，Al-Al<sub>3</sub>Ni や Al-Al<sub>3</sub>Fe などの金属間化合物や Al 基複合材料を用いて FGM を作製し，要素・構造用材料としての実用化を目指した研究に取り組み，これまで多くの報告を行ってきた。過共晶 Al-Si 合金は，Al 母相中に初晶の Si 粒子が分散する組織を通して Si の低密度，高耐摩耗性，低熱膨張係数，高温強度などの優れた特性の活用を目指す金属基複合材料の一つである<sup>(1)</sup>。しかし，過共晶 Al-Si 合金の実用化は，硬い Si 粒子の分散が被削性の悪化を生じ，さらには工具摩耗を招く欠点が克服されていないため妨げられている。このような材料固有の欠点を克服し，優れた特性を活用する方法の一つとして，FGM 化が考えられる<sup>(2)</sup>。FGM は材料設計の概念に基づき，機能の要請に沿って組織構成を傾斜分布させ，機能の活用を図る材料である。本研究で取り上げる過共晶 Al-Si 合金では，母相 Al の特性の組成傾斜化により，分散する Si 粒子のもたらす難加工性という欠点の克服を図っている。本章では，第 3 章で使用する FGM 供試材について，その作製方法と組織観察結果を述べる。

提案されている FGM の作製方法には，第 1 章で前述したように様々な手法がある。私たちは金属基の FGM 素材を安価に大量に製造することが可能な遠心力法を提案し，装置の開発をすすめるとともに，作製した素材を用いて FGM 実用化のための研究を行ってきた<sup>(3)-(7)</sup>。遠心鑄造法の原理に基づく遠心力法は，溶湯中の構成要素が密度の違いによって回転する金型中で異なった遠心力を受け，その作用によって遠心力方向である半径方向に組成傾斜を有する材料を作製する方法である。Al-Si 合金中の Si 粒子は母相の Al より低密度なので，遠心力法で作製する円筒管においては，内周部が Si リッチ，外周部が Al リッチになると予想され，Si の耐摩耗性を活用すべく，例えば内燃機関のシリンダライナへ適用できる可能性がある。

以上の観点から、本章では真空遠心力法による Al-Si FGM を作製し、作製した FGM 厚肉円筒管の組織を光学顕微鏡で組織観察を行い、その組成傾斜の様相を確認するとともに、組織内の体積分率を把握することを目的とした。得られた結果から要素・構造用材料としての可能性を検討するため、作製前の予想と比較し考察を行った。

## 2.2 真空遠心鑄造装置の構成

本研究でFGM作製に使用した真空遠心鑄造装置の装置概略図を図2-1に、また、装置全体の外観写真を図2-2に示す。FGM作製に用いた自製の真空遠心鑄造装置は、約0.2 m<sup>3</sup>の容器中にインゴットを溶解するための溶解炉、金型を設定温度まで加熱し維持するための金型加熱炉、湯口、金型、そして設定した回転数で金型を回転させるためのモーター、モーターからの動力を金型に伝えるためのプーリ・Vベルトで構成された金型回転装置などの器具を組み込んだ構造となっている。なお、溶解炉と金型加熱炉は温度制御装置によって温度制御を行い、設定温度まで加熱した後維持することができる。また、大気中での溶解Alの不可避な酸化による汚染を回避するため、容器内は真空および任意の雰囲気での遠心鑄造を可能にしている。FGM作製時、溶湯に印加した遠心力の大きさは重力加速度  $g$  の倍数である重力倍数  $G$  で表し、金型内径  $D$  (m)、金型回転数  $N$  (rps) とするとき、

$$G = 2\pi^2 DN^2 / g \approx 2DN^2 \quad (2-1)$$

の関係で計算できる。本実験では、金型内径  $D=9 \times 10^{-2}$  m、金型回転数  $N$  が 20 rps (=1200 rpm) なので、組成傾斜作成のため溶湯に負荷した重力倍数  $G=72$  となる。



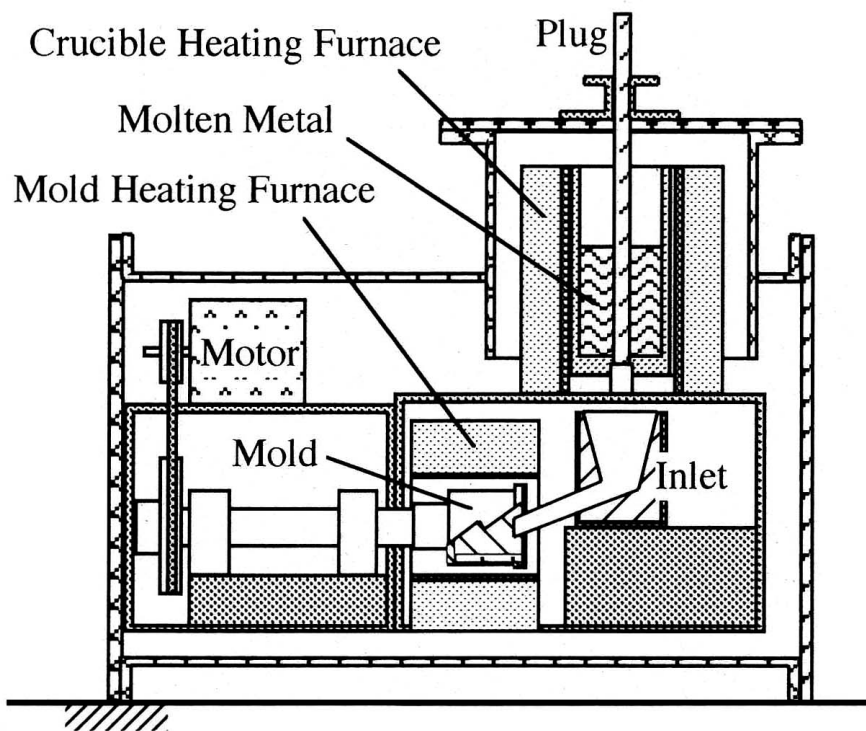


Fig. 2-1 Schematic representation of the FGM manufacturing system by a vacuum centrifugal method.

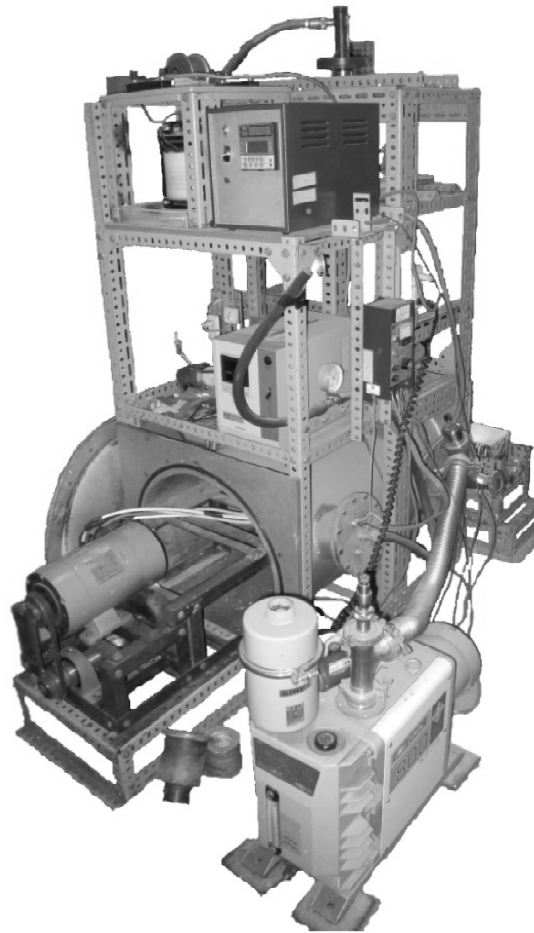


Fig. 2-2 Appearance of the FGM manufacturing system by a vacuum centrifugal method.

### 2.3 FGM 供試材

実験に用いた素材は、過共晶 Al-Si 合金である市販の Al-25 mass% Si 合金である。その化学組成を表 2-1 に示す。この素材を用いた Al-Si FGM は図 2-3 に示す Al-Si 二元平衡状態図<sup>(8)</sup>を参照して真空遠心力法<sup>(5)</sup>で作製した。図 2-3 中の点線矢印で示すように冷却される遠心力下の母合金の Al-25 mass% Si 合金溶湯からは、過共晶組成ゆえに Si が最初に晶出する。ここで、Si と Al の密度がそれぞれ 2.34 Mg/m<sup>3</sup> と 2.70 Mg/m<sup>3</sup> なので、相対的に軽量の初晶 Si 粒子は遠心力の差により厚肉円筒管の内側に集まって Si リッチ、円筒管の外周側が Al リッチとなる組成傾斜を持つと予測される。

Table 2-1 Chemical composition of Al-25mass% Si ingot.

Elements	Si	Fe	Cu	Al
mass%	24.7	0.14	0.00	balance

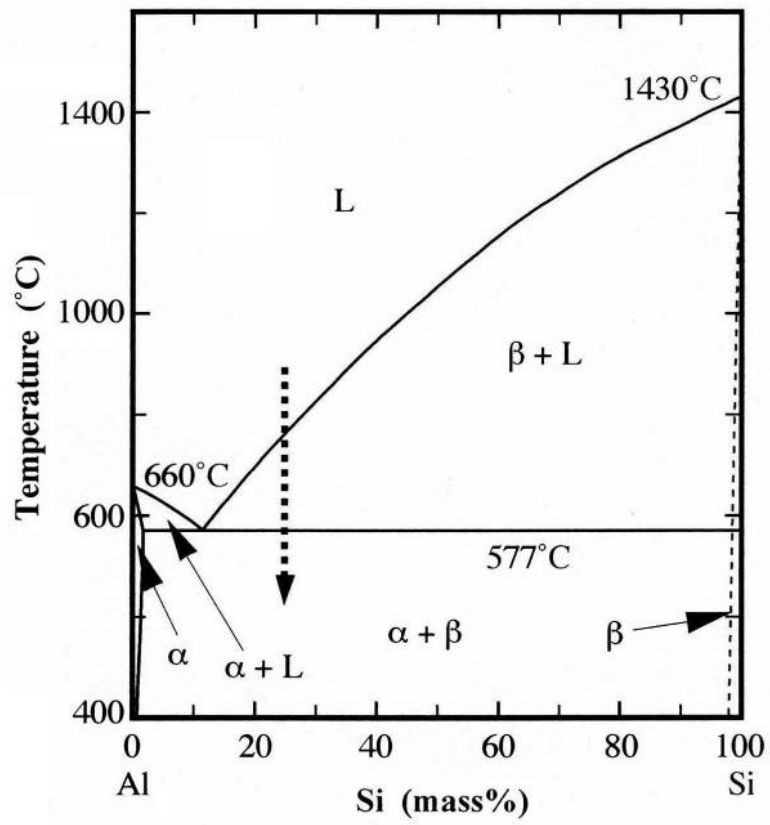


Fig. 2-3 Al-Si binary phase diagram<sup>(8)</sup>.

## 2.4 真空遠心力法による FGM の作製

供試材の Al-Si FGM 厚肉円筒管は、Al-Si 合金インゴットから切り出した 1 kg の塊を液相一相の 850 °C で溶解し、60 分間真空容器中に保持した後、この容器内で回転する金型に直接注入するという手順で作製した。以下に真空遠心力法を用いた FGM の詳細な作製手順を説明する。

- 1 ) 真空容器内の清掃を行い、蓋と接触面の付着物を取り除いた後、蓋に取り付ける O リングに真空用グリースを塗布する。
- 2 ) 金型内部と上蓋にパイロコート（オオタケ社製高熱耐熱機能化塗料）を塗布し、乾燥後、金型と上蓋を六角ボルトで固定する。
- 3 ) 金型をシャフトに取り付け、六角ボルトで固定する。このとき、シャフト回転時に金型がぶれないよう調整する。
- 4 ) 金型加熱炉内とインレット内および流入口の交換内部の不純物を取り除き、金型炉に熱電対を取り付け、真空容器内に挿入し定位置にセットする。
- 5 ) 溶解炉内を清掃し、不純物を取り除いた後、溶解炉内部に市販のセラミック製るつぼ（外径 100mm×内径 80mm×長さ 250mm）を挿入し、熱電対を設置する。
- 6 ) るつぼ下部の穴を NC タンマン管（外径 30mm×内径 24mm×長さ 150mm）をアロンセラミック（東亜合成社製無機接着剤）で取り付けた SKD 製の棒で栓をする。この際、溶湯が漏れないよう、るつぼと栓の隙間にパイロコートを塗布する。
- 7 ) 金型加熱炉、溶解炉の温度制御装置の電源を入れ、加熱温度は金型加熱炉が 700°C、溶解炉は 850°C に設定する。
- 8 ) 溶解炉の温度が 850°C に達したら、事前に Al-25 mass% Si 合金インゴット 1 kg 分をるつぼに入る大きさに切断加工した小片を数回に分け、るつぼ内に投入し溶解させ、全て溶解したらよく攪拌させる。
- 9 ) 真空容器の上蓋・横蓋をボルトで締結し、真空ポンプで排気し、容器内が真

空状態になるまで保持する。

- 10) 60 分間真空容器内に保持後，金型を所定の速度で回転させ，るつぼ栓を引き抜き，溶解した溶湯を金型へ直接流し込む。
- 11) 鑄込み完了後，リリースバルブを開放し，大気圧に戻す。
- 12) 真空容器の上蓋と横蓋を外し，金型炉を真空容器内から引き出し，金型を回転させながら空冷する。
- 13) 金型の温度が室温まで下がり次第，シャフトから取り外し，金型内の FGM 厚肉円筒管を取り出す。

真空遠心力法で作製した Al-Si FGM は，厚肉方向に組成傾斜を持つ外径 90 mm，内径 64 mm，長さ 90 mm の厚肉円筒管を作製することができた。その外観写真を図 2-4 に示す。



Fig. 2-4 Appearance of FGM thick-walled tube.

## 2.5 FGM 供試材の組織

真空遠心力法で作製した Al-Si FGM 厚肉円筒管で観察した典型的な組織を図 2-5 に示す。図 2-5 において、色の薄い部分が Al リッチの共晶組成組織、濃い部分が初晶の Si 粒子であり、Si 粒子の多くは長い棒状の晶出物となっている。供試材における Si 粒子長さ平均値は 1.25 mm である。Si 粒子の多くは管の外周面から約 6 mm までの部分に存在し、それから 5 mm の内周部には存在しないが、内周面から約 1 mm の部分にも少し認められる。傾斜分布している Si の含有率  $f$  (mass%) は、図 2-3 に示す Al-Si 状態図の ( $\alpha + \beta$ ) 相という組織状態を考慮し、1 ~ 4 mm 幅で切断した小片の密度測定値  $\rho$  から、複合則<sup>(9)</sup>に基づく式

$$f = 100(\rho_{Al} - \rho) / (\rho_{Al} - \rho_{Si}) \quad (2-2)$$

で算定した。ここで、 $\rho_{Si}$  と  $\rho_{Al}$  はそれぞれ Si と Al の密度で  $\rho_{Si} = 2.34 \text{ Mg/m}^3$ 、 $\rho_{Al} = 2.70 \text{ Mg/m}^3$  である。

図 2-5 に示す断面の厚肉円筒管では、管の外周側が軽くて Si 含有量が多い約 60 mass% Si、内周側が重くて Si 含有量が少ない約 15 mass% Si という結果が得られた。固体 Si の密度は固体 Al 密度の 87 % にすぎないので、管の内周側で軽い Si 粒子の体積分率が大きくなるという作製時の予測に反する結果であるし、報告されている結果とも異なっている<sup>(10)(11)</sup>。この原因は、固体 Si の密度が  $2.34 \text{ Mg/m}^3$ 、固体 Al の密度が  $2.70 \text{ Mg/m}^3$  であるといえども、Al-Si 合金溶湯の密度は、高 Si ほど逆に大きくなる<sup>(12)</sup>ことに起因していると考えられる。Al-Si 合金溶湯の密度に関して、例えば、文献 (13) に報告されている共晶組成以下の 12 mass% Si までの結果を利用して Al-25 mass% Si の密度を外挿で求めると  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  で約  $2.42 \text{ Mg/m}^3$  という値になるが、 $800 \text{ }^\circ\text{C}$  での Al の密度は約  $2.33 \text{ Mg/m}^3$  なので、複合則<sup>(9)</sup>で Si の密度を推測すると  $2.69 \text{ Mg/m}^3$  となる。この値は、図 2-6 に示すように、過冷却された液体 Si の密度が  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  で  $2.5 \sim 2.6 \text{ Mg/m}^3$  程度であると報告されている結果<sup>(13)(14)</sup>と一致する。それゆえ、回転する金型中で溶湯内の Si が外周部に移動し、外



周側に集まった高 Si 溶湯から初晶の Si が成長した結果が図 2-5 であると説明できる。さらには、溶湯の溶解温度ないしは金型への注湯温度が、組成傾斜形成に影響していると推測できる。なお、管内周部に存在する Si 粒子は、最終的に内周部に集まった未凝固部分の低密度の共晶組成近傍溶湯から最終的に晶出した Si 粒子が成長したものとする。

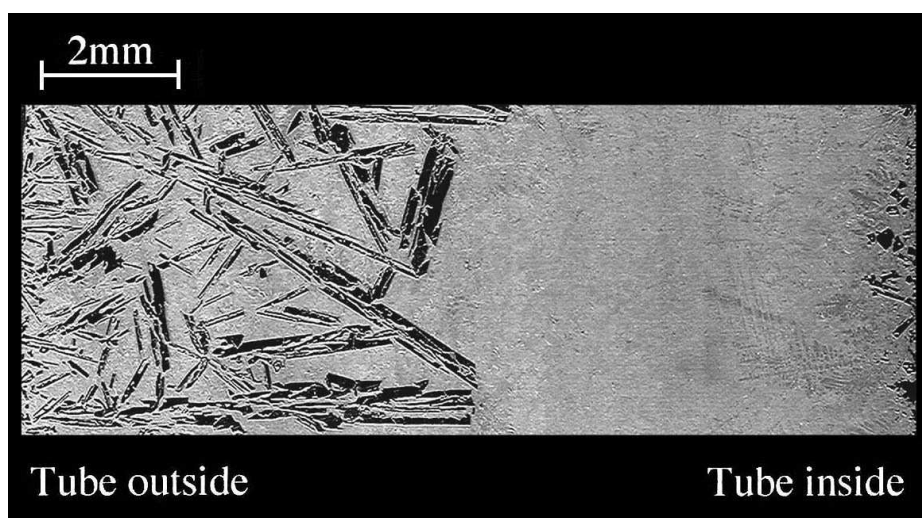


Fig. 2-5 Micrograph showing the typical morphology of Al-Si FGM tube.

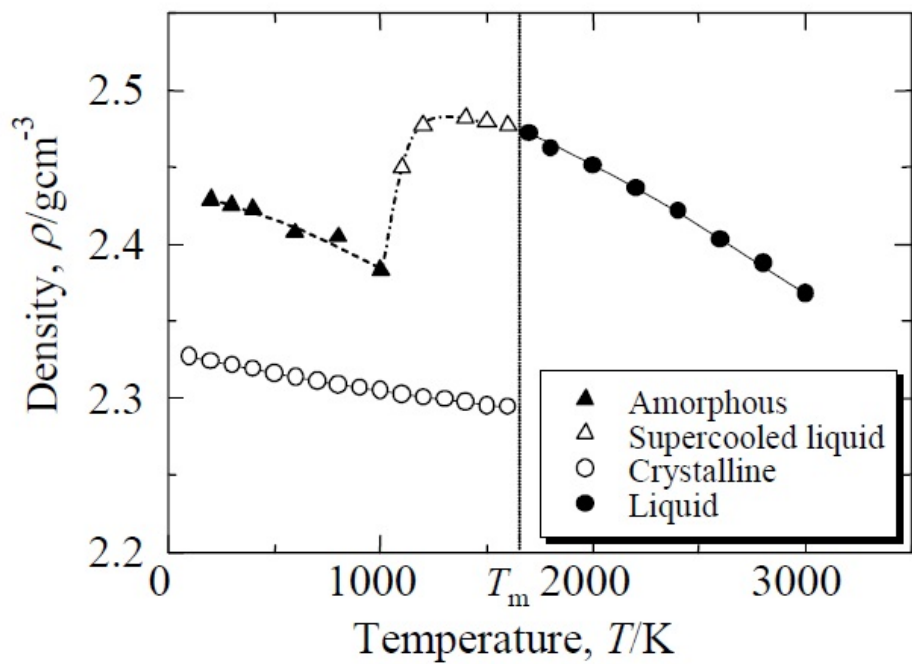


Fig. 2-6 Temperature dependencies of densities for silicon in amorphous and supercooled states in comparison with those for crystalline and liquid silicon<sup>(14)</sup>.

## 2.6 まとめ

過共晶 Al-25 mass% Si 合金を用いて真空遠心力法により Al-Si FGM を作製した。また、作製した FGM 厚肉円筒管の組織観察を行い、組成傾斜の様相を把握するとともに、組織の体積分率を算出し、作製前の予測との比較検討を行い、以下の結論を得た。

1. 遠心力法で作製した Al-Si FGM 厚肉円筒管は、半径方向に傾斜した様相となっており、Si 粒子の多くは長い棒状の晶出物となっている。
2. FGM 厚肉円筒管における Si 粒子長さ平均値は 1.25 mm であり、Si 粒子の多くは管の外周面から約 6 mm までの部分に存在し、それから 5 mm の内周部には存在しないが、内周面から約 1 mm の部分にも少し認められる。
3. 遠心力法で作製する Al-Si FGM 厚肉円筒管においては、過共晶 Al-Si 溶湯の密度が液体 Si 相より小さいため、固体 Al より密度の小さい Si が主として管外周部に晶出する。

## 参 考 文 献

- (1) Prasad, B.K., Venkateswarlu, K., Modi, O.P., Jha, A.K., Das. S., Dasgupta, R., and Yegneswaran, A.H., "Sliding Wear Behavior of Some Al-Si Alloys: Role of Shape and Size of Si Particles and Test Conditions", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 29A, No. 11 (1998), pp. 2747-2752.
- (2) Uemura, S., Noda, Y., Shinohara, Y., and Watanabe, Y., *Development and Application of Functionally Graded Materials* (2003), CMC Publishing Co. Ltd.
- (3) Fukui, Y., "Fundamental Investigation of Functionally Gradient Material Manufacturing System using Centrifugal Force", *JSME International Journal Series III*, Vol. 34, No. 1 (1991), pp. 144-148.
- (4) Watanabe, Y., Yamanaka, N., and Fukui, Y., "Control of composition gradient in a metal-ceramic functionally graded material manufactured by the centrifugal method", *Composites A*, Vol. 29A, Nos. 5,6 (1998), pp. 595-601.
- (5) 福井泰好, 岡田裕, 熊澤典良, 渡辺義美, 山中昇, 清宮義博, "真空遠心力法による Al-Al<sub>3</sub>Fe 傾斜機能材料の作製とその機械的性質評価", *軽金属*, Vol. 49, No.1 (1999), pp.35-40.
- (6) Fukui, Y., Okada, H., Kumazawa, N., and Watanabe, Y., "Near Net Shape Forming of Al-Al<sub>3</sub>Ni FGM over Eutectic Melting Temperature", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 31A, No. 10 (2000), pp. 2627-2636.
- (7) Yamagiwa, K., Watanabe, Y., Matsuda, K., Fukui, Y., and Kapranos, P., "Characteristic of Al-Al<sub>3</sub>Fe Eco- Functionally Graded Material through Near-Net-Shape Forming over Eutectic Melting Temperature", *Materials Science and Engineering A*, Vol. A416, Nos. 1-2 (2006), pp. 80-91.
- (8) Massalski, T. B., *Binary Alloy Phase Diagrams*, Second Edition Plus Updates on CD-ROM Version 1.0 (1996), ASM International.
- (9) Torquato, S., "Modeling of physical properties of composite materials",

- International Journal of Solids and Structures*, Vol.37 (2000), pp. 411-422.
- (10) Oveisi, E., and Akhlaghi, F., “Characterization of a Functionally Graded hypereutectic Al-Si Alloy Produced by Centrifugal Method”, *Advanced Materials Research*, Vols. 47-50 (2008), pp. 865-868.
- (11) Zhai, Y., Liu, C., Wang, K., Zou, M., and Xie, Y., “Characteristics of two Al based functionally gradient composites reinforced by primary Si particles and Si/in situ Mg<sub>2</sub>Si particles in centrifugal casting”, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, Vol. 20 (2010), pp. 361-370.
- (12) Magnusson, T., and Arnberg, L., “Density and Solidification Shrinkage of Hypoeutectic Aluminum-Silicon Alloys”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 32A, No. 10 (2001), pp. 2605-2613.
- (13) Ohsaka, K., Chung, S.K., and Rhim, W.K., “Densities of Si determined by an image digitizing technique in combination with an electrostatic levitator”, *Applied Physics Letters*, Vol. 70 (1997), pp. 423-425.
- (14) Endo, R.K., Fujihara, Y., and Susa, M., “Calculation of density and heat capacity of silicon by molecular dynamics simulation” *High Temperatures - High Pressures*, Vol. 35/36 (2006), pp. 505-512.

## 第3章 後方押し出し法における FGM の加工特性

3.1 はじめに

3.2 半熔融後方押し出し加工手順

3.3 実験結果及び考察

3.3.1 油圧プレスによる後方押し出し加工

3.3.2 圧縮速度一定の後方押し出し加工

3.4 Si 粒子微細化要件について

3.5 まとめ

参考文献

## 第3章 後方押し出し法における FGM の加工特性

### 3.1 はじめに

Al 基 FGM 実用化の検討に当たって、材料の“固体⇒半熔融体⇒液体”という溶解過程中の半熔融状態時に素材を加圧成型するニアネットシェイプ加工の利用が適切であろうと考え、実験に取り組んできている<sup>(1)(2)</sup>。組織が段階的に変化する不均質材である FGM は、従来の均質材の仮定に基づく塑性変形理論を適用して塑性加工を行うのは困難である。このような難加工材料の加工法として半熔融加工があげられる。半熔融加工は完全に溶解しない固液共存状態で取り扱うことにより、液相率が減少すること、低温での作業になることなどの理由から難加工材料の加工に有効とされており、遠心力法で作製する Al 基 FGM の初晶粒子が粗大化し、かつ脆いことが多く、塑性加工等の二次加工を困難にする<sup>(3)</sup>という欠点を、半熔融加工によって克服できることを報告している。また、微細な組織が優れた機械的性質をもたらすことはよく知られている<sup>(4)</sup>ので、半熔融加工を適用した Al-Si FGM における粗大な初晶粒子の微細化の条件や機構を明らかにすることは、Al-Si FGM の活用法を検討する上で有意義と考える。

本研究は、軽くて優れた機械的性質を持つ Al-Si FGM 実用化の可能性を、後方押し出し加工による半熔融加工試験で検討することを目的とした。そこで作製した Al-Si FGM の半熔融加工を行い、Si 粒子の様相と分布を観察し、Al-金属間化合物系の FGM で観察されたもの<sup>(1)(2)</sup>と同様な Si 粒子微細化の可能性について検討するとともに、Al-Si FGM の半熔融加工条件について考察した。



### 3.2 半熔融後方押し出し加工手順

半熔融加工に用いた試験片は、第2章で説明した真空遠心力法によって作製した Al-Si FGM 厚肉円筒管を使用し、図 3-1 に概略を示す作成手順に従って、FGM 厚肉円筒管を熱間鍛造で部分的に平らにした板から放電加工により切り出した直径 40mm, 厚さ 12mm の厚さ方向が円筒の半径方向と一致する FGM ビレットである。このビレットを用い、図 3-2 に概略を示すように FGM ビレットの Al リッチ側とポンチとが接触する状態で金型内にセットし、後方押し出し加工<sup>(1)</sup>で外径 40 mm, 内径 35 mm, 底厚さ 3 mm, 高さ約 40 mm の FGM カップを作製した。ここで、成形した FGM カップは、耐熱鋼製の金型と Al-Si 合金素材の熱膨張係数の違いから、冷却後の常温ではコンテナやポンチと密着し、取り外しが困難となる。そのため、コンテナとポンチにはテープを付け、最初にテープを利用してコンテナを取り外した後、オーブンで 50 °C に再加熱し、熱ミスフィットを利用してポンチを取り外した。

後方押し出し加工試験は、200 kN の油圧プレスと 100 kN の万能引張圧縮試験機を用いて行った。油圧プレスを用いた試験における加工温度は、図 2-3 に示す状態図を参照して決めた温度 575, 580, 590, 600 °C の 4 通りであり、その加圧時間は約 1~2 秒間であった。万能引張圧縮試験機による試験は、油圧プレスでは困難であった一定速度加工の影響を調べるために行なった。その条件は、クロスヘッド速度が試験機の能力を考慮して 1, 100, 500 mm/min の 3 通り、温度が油圧プレス試験の結果を参照した 580, 590 °C の 2 通り、計 6 通りの組合せである。このときの加圧時間は、9 mm 圧下するのでそれぞれ 9 分, 5.4 秒, 1.08 秒となる。試験は、いずれの場合も設定温度に 30 分保持した後に行った。

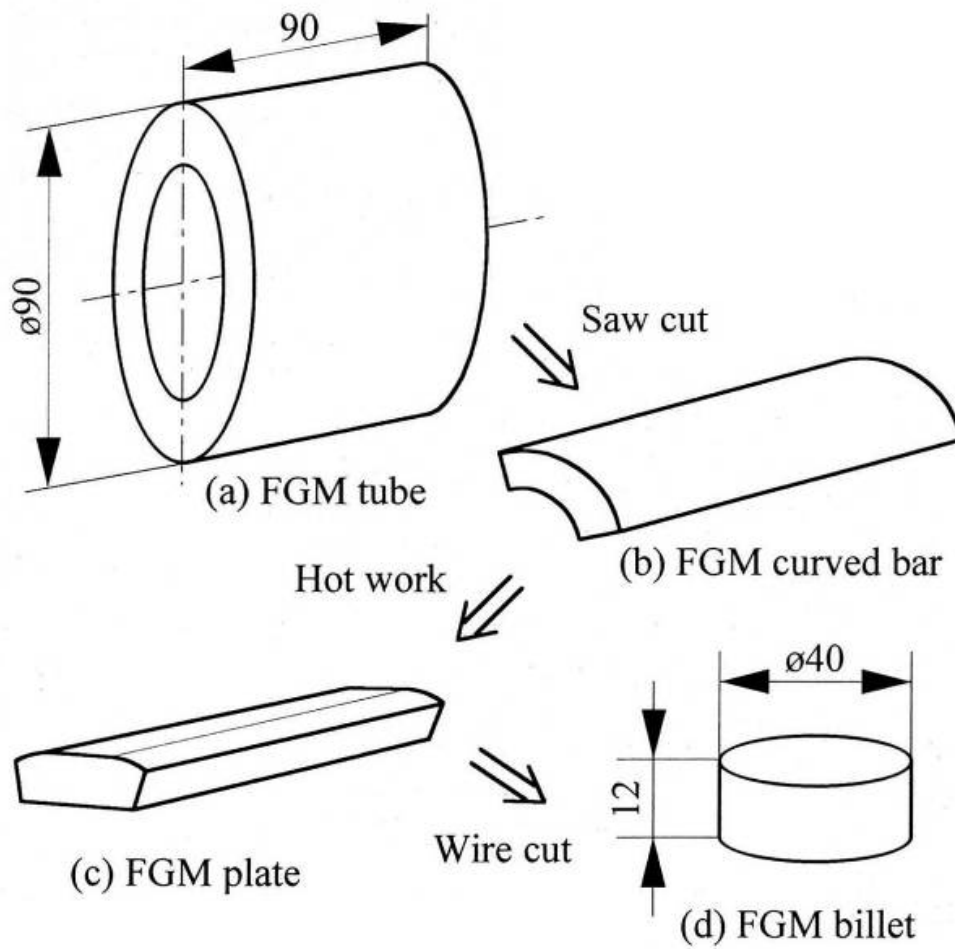


Fig.3-1 Schematic of the FGM billet preparation process.

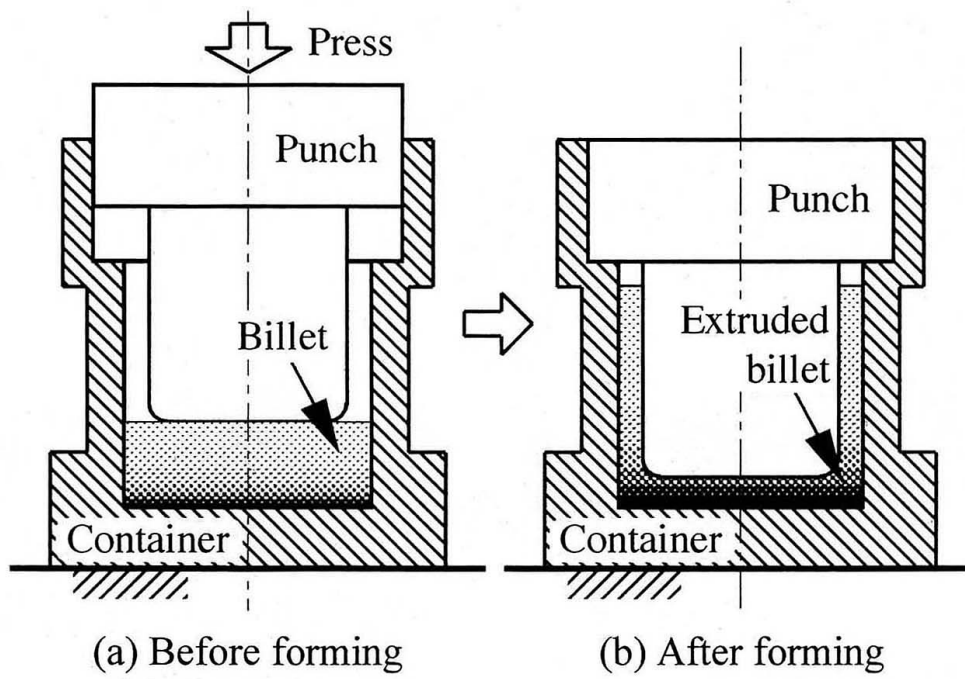


Fig. 3-2 Schematic of the backward extruding process.

### 3.3 実験結果及び考察

#### 3.3.1 油圧プレスによる後方押し出し加工

図 2-5 に組織を示す管内周部の Al リッチ側とポンチとが接触する状態で金型内にセットして作製した FGM カップの断面組織観察結果の一例を図 3-3 に示す。図 3-3 において、上下方向が圧縮方向で、左側がカップの側壁側、右側がカップ底中央側である。共晶融点 577 °C 直下で固体状態の 575 °C では、柔らかい Al リッチの部分が主として押し出されている様相で、所定の後方押し出し加工を 200 kN の定格容量ではなし得なかったが、共晶融点以上の 580, 590, 600 °C では、いずれの場合も半熔融状態ゆえに容易に所定の形状に成形することができた。この変形の様相は SPH 法で数値解析した結果<sup>(5)</sup>と定性的に一致する。Si 粒子形状について図 2-5 の組織写真と比較すれば、初晶の Si 粒子が微細化している様相を確認することができる。最も明りょうに Si 粒子の微細化の様相を観察できるのは、580 と 590 °C の結果であり、600 °C の試験結果は部分的に未変形と思われる Si 粒子を観察できる。なお、ポンチで直接圧下される FGM カップ底の部分は類似の様相であり、凝集した Si 粒子の平均含有率は 70 mass% Si 以上である。これに対し、色の濃い Si 粒子の確認が困難なコンテナの壁に沿って押し出された部分は、15 mass% Si 程度であり、ほぼ共晶組成であると認められる。

FGM カップ組織観察結果から、半熔融加工時に固体の Si 粒子の多くは半径方向に流動することなく圧縮軸に沿った位置で圧壊されている様相である。しかし、600 °C では、ポンチ底とコンテナ表面に接触している部分の Si 粒子が顕著に変形し、ポンチ底から離れた外周部分（図 3-3(d) 左下部分）の Si 粒子は相対的に変形量が少なくなっている。このような Si 粒子変形の様相と SPH 法での流動解析結果<sup>(5)</sup>から、600 °C は溶湯が固体の Si 粒子の間隙を容易に通過できる状態であり、好ましい加工温度は 580, 590 °C であると推測される。この結果は、定性的に融点直上温度での加工が金属間化合物粒子微細化の最適条件であるという Al-金属間化合物系 FGM である Al-Al<sub>3</sub>Ni FGM<sup>(1)</sup>や Al-Al<sub>3</sub>Fe FGM<sup>(2)</sup>での報告と一致する。

なお、粗大な Si 粒子の微細化は、半溶融もしくは完全に溶融している共晶組成の Al リッチ相が流動し、その運動に伴うせん断ないしは摩滅作用、さらにはプレスに伴う圧壊によるものと考えられる。

供試材において、Al リッチの母相は密度測定結果が示すように共晶組成であり、硬い Si 粒子がこの共晶組成の中に分散している部分（図 2-5 管外周部と内周部）は、共晶組成だけの部分よりも強化されている。それゆえ、変形プロセスを改めて検証すると、プレス当初は図 3-3(a) の組織状況が示すように、柔らかい共晶組成の部分がカップ側壁部を形成するように押し出される結果となり、分散 Si 粒子を含むため強化されている高強度部分の変形は少ないと考えられる。圧下の進行につれて、柔らかい層の壁部への移動が完了し、分散 Si 粒子を含む部分の流動と Si 粒子同士の接触に伴う Si 粒子の圧壊が始まることになる。この時点で、ポンチにより直接圧縮される部分の材料は、溶融部分の体積比が試験温度で異なるが同様な ( $\beta + L$ ) の組織であり、温度と速度の影響は、単に圧縮に伴う溶融部分がもたらす粘性抵抗の Si 粒子圧壊・ずり作用への寄与に対する差異にあると思われる。

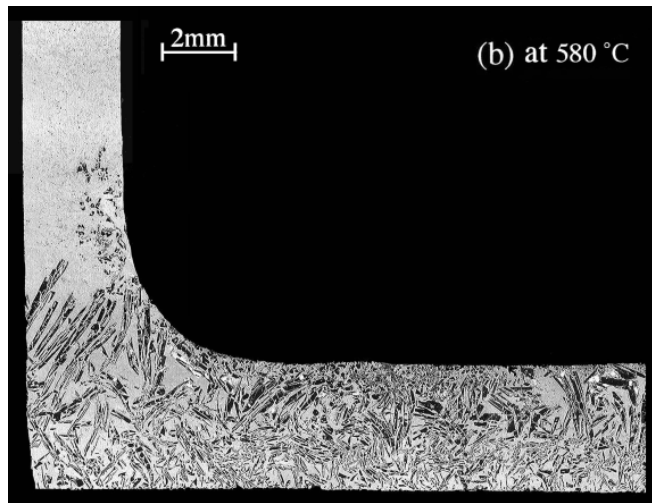
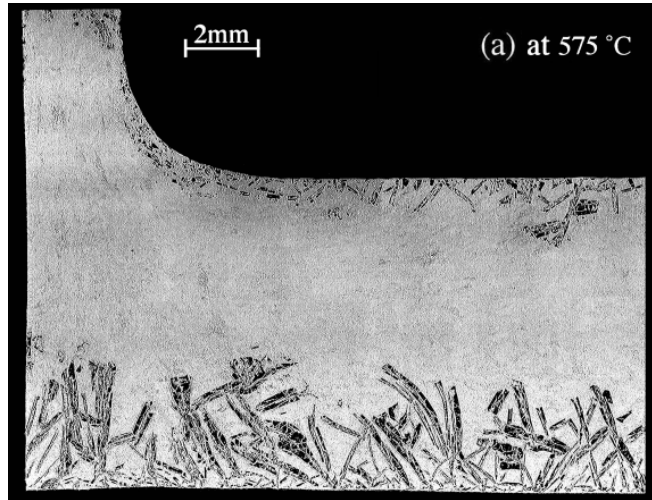


Fig. 3-3 Micrographs showing the morphology in the cross section of extruded cup by a hydraulic press (575°C, 580°C) .

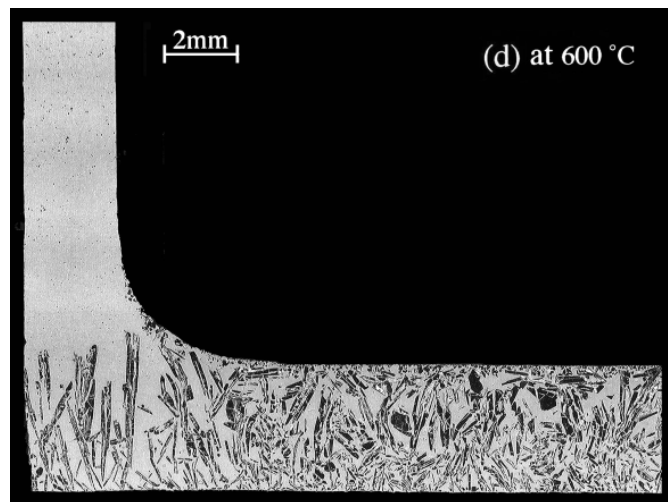
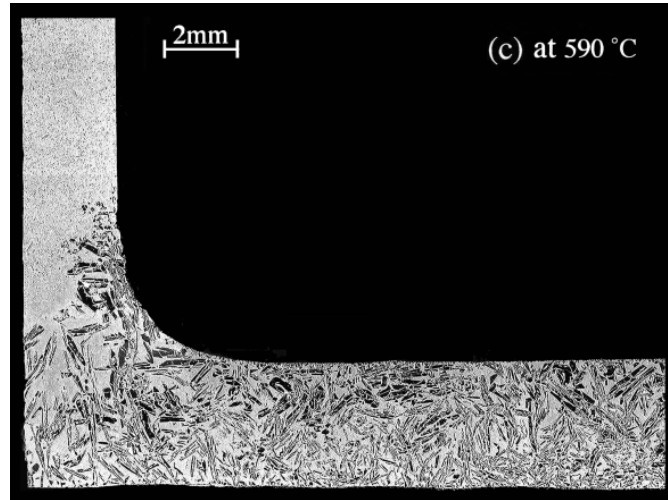


Fig. 3-3 Micrographs showing the morphology in the cross section of extruded cup by a hydraulic press (580°C, 600°C) .

### 3.3.2 圧縮速度一定の後方押し出し加工

油圧プレス試験で観察した Si 粒子の微細化に及ぼす圧縮速度の影響を定量的に検討するため、油圧プレスで行なった試験と同様な後方押し出し加工試験を、定速試験が可能な万能引張圧縮試験機を用いて行った。試験条件は、圧縮速度（クロスヘッド速度）が 1, 100, 500 mm/min の 3 通り、温度条件が 580, 590 °C の 2 通り、計 6 通りの組合せである。試験温度は前節に示した油圧プレスでの結果を参照して決定した。作成した FGM カップ断面組織観察結果の一例として、580 °C, 500 mm/min での結果を図 3-4 に示す。図 3-3 に示した油圧プレスでの結果と実験条件の差異が少ないので、定性的な組織の特徴に明りょうな違いは認められない。

Si 粒子微細化の圧縮速度依存性を検討するために求めた Si 粒子の長手方向長さ測定結果の平均値を、クロスヘッド速度との片対数関係として図 3-5 に示す。図 3-5 において、一点鎖線で示す素材ビレットの Si 粒子長さ平均値は、1.25 mm であるのに対し、実線で示す 580 °C の試験では、圧縮速度が 1, 100, 500 mm/min へと増すにつれて Si 粒子長さ平均値はそれぞれ 0.47, 0.27, 0.10 mm へと短くなっていて、圧縮速度の増加が Si 粒子微細化に寄与している傾向が認められ、最大で初期長さの 8% にまで微細化している。これに対し、点線で示す 590 °C の試験では、圧縮速度が 1, 100, 500 mm/min へと増加するとき、Si 粒子長さ平均値はそれぞれ 0.75, 0.11, 0.46 mm へと変化している。この傾向は 580 °C の結果と異なり、圧縮速度との間の単純な関係は認められない。すなわち、図 3-5 に示す結果は、融点直上の 580 °C の試験では、圧縮速度の増加によって Si 粒子は微細化するが、590 °C の試験では、圧縮速度の増加によって必ずしも Si 粒子を微細にすることはできないという温度依存性を示している。



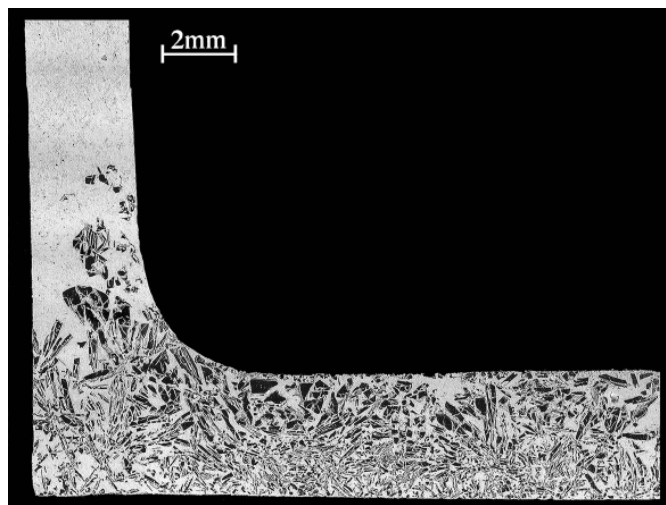


Fig. 3-4 Micrographs showing the morphology in the cross section of extruded cup under the condition of 580 °C and 500 mm/min using a screw driven universal tension-compression machine.

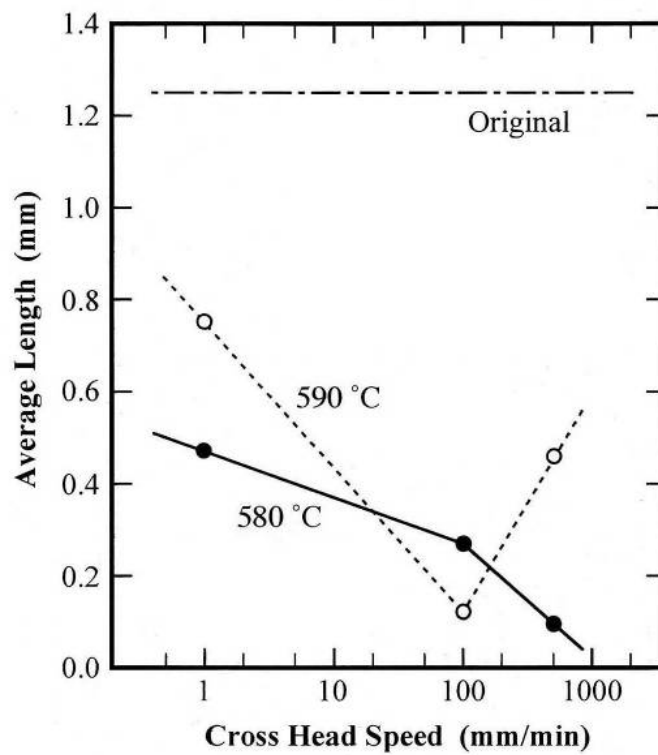


Fig. 3-5 Variation of average Si particles length as a function of cross head speed.

### 3.4 Si 粒子微細化要件について

Al-Si FGM 半熔融加工における Si 粒子微細化条件の把握には、“固体⇒半熔融体⇒液体”といった状態変化に伴う変形に対する抵抗の複合効果についての考察が必要であると思われる。単に加工速度の大小だけが Si 粒子微細化を支配しているのではないという 3.3 節で検討した図 3-5 に示す結果の生じた原因を考察するに当たって、熱間加工における塑性流動抵抗は高ひずみ速度ほど大きくなる<sup>(6)</sup>のに対し、半熔融体の粘性流動抵抗は高せん断ひずみ速度ほど小さくなる<sup>(7)(8)</sup>という逆の傾向を一要因として検討する必要があると考える。さらには、温度上昇に伴い、塑性流動抵抗も粘性流動抵抗も減少するという温度依存性も要因の一つと考えられる。図 3-6(a) は、これらの一定圧縮速度加工における高ひずみ速度ほど大きくなるという塑性流動抵抗および高せん断ひずみ速度ほど小さくなるという粘性流動抵抗の定性的な関係を示したもので、実線、鎖線、一点鎖線は、それぞれ圧縮速度 1, 100, 500 mm/min での傾向を表している。

図 3-6(a) の曲線群から、580 と 590 °Cでの圧縮速度 1, 100, 500 mm/min に対応する塑性流動抵抗と粘性流動抵抗を、丸印で示すように取り出し、圧縮速度の関数としてその影響を検証するために片対数関係で整理した結果が、図 3-6(b) である。図 3-6(b) では、590 °Cでの粘性流動抵抗のみが直線関係を満足していない。なお、図 3-6(a) と (b) の関係において、圧縮速度 1, 100, 500 mm/min に対応する 580 °Cでの値を大文字 A, B, C で、また 590 °Cでの値を小文字 a, b, c で表記し、塑性流動と粘性流動に対応する抵抗値にそれぞれ添字 p, v を付して表している。例えば、 $A_p$ ,  $B_p$ ,  $C_p$  は、それぞれ 580 °Cにおける圧縮速度 1, 100, 500 mm/min での塑性流動抵抗の相対的な値を表す。ここで、半熔融加工における Si 粒子微細化という現象に対する塑性流動と粘性流動の複合効果について検討する方法として、単純な複合則<sup>(9)</sup>による抵抗評価を検討したが、複合則から求まる流動抵抗の値自体が固体と液体の比率に比例するため、加工速度依存性を評価することは困難であった。

半熔融加工において、圧縮速度が速くなれば、ひずみ速度が増し、せん断速度も大きくなる。せん断速度が大きくなれば粘性係数は低下する<sup>(7)(8)</sup>。したがって、塑性流動に伴う Si 粒子圧壊の程度が塑性流動抵抗の大きさに依存するとしても、高温のある条件以上の速度では粘性流動抵抗が Si 粒子微細化に寄与しなくなる粘性係数のしきい値があり、それが図 3-6(b) に点線で示すように  $b_v$  と  $c_v$  の間にある可能性が考えられる。固体よりも液体に近い状態で、半熔融部分が Si 固体を支える能力を失い、容易に固体 Si 粒子の間を通り抜けてしまう状況をもたらす粘性係数のしきい値の存在が図 3-6(b) での鎖線  $\overline{a_v b_v}$  と  $\overline{b_v c_v}$  とのずれを生じ、図 3-5 の 590 °C、500 mm/min での粒子の微細化を妨げたと推測する。

半熔融加工による Al-Si FGM 中の硬い Si 粒子微細化条件を検討することは、要素材料としての可能性を広げるために有用と考えられる。実験結果は、580 ~ 590 °C 付近での高速加工に伴う速い粘性流動が微細な Si 粒子を作り出すが、それ以上の高温の液体に近い領域では、温度上昇に伴う流動抵抗減少が著しく、粘性流動抵抗の粗大粒子微細化への加工速度効果が薄れるというものである。したがって、粗大な Si 粒子の微細化を達成するためには、粒子微細化に対して塑性流動と粘性流動の相互作用が期待できる条件での加工が適切と考える。その条件は、Al-Si 共晶の融点 577 °C に近い温度での高速半熔融加工という結果であり、これまで最適の半熔融加工温度について報告してきた Al-金属間化合物系 FGM での結果<sup>(1)(2)</sup>と一致する。

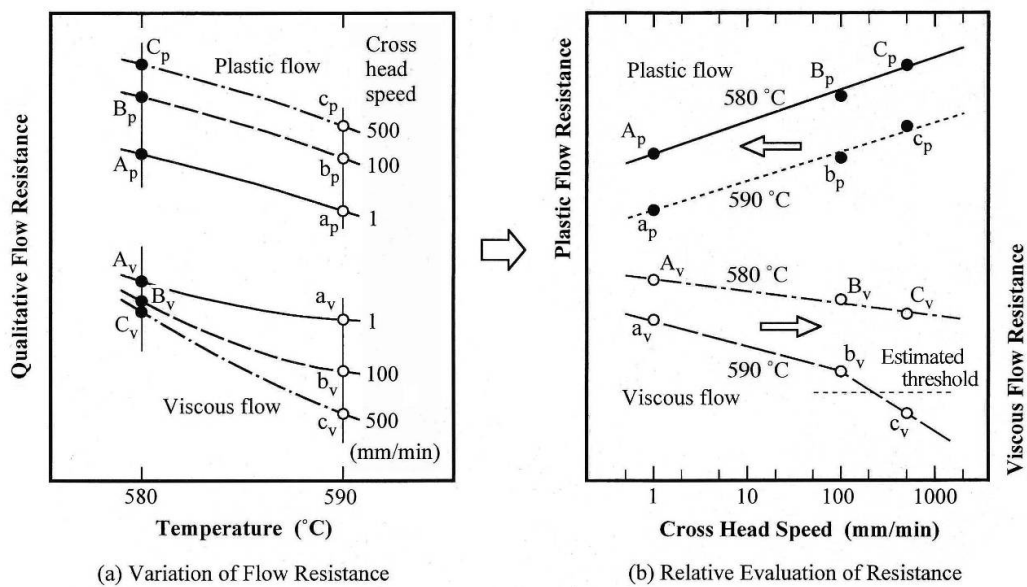


Fig. 3-6 Schematic representation of the idealized variation of plastic flow resistance and viscous flow resistance as a function of temperature (a) and cross head speed (b) for the evaluation of the Si grain refinement process.

### 3.5 まとめ

本研究では, 過共晶 Al-25 mass% Si 合金を用いて真空遠心力法で作製した Al-Si FGM を供試材として後方押し半熔融加工試験を行い, 半熔融加工による Al-Si FGM 実用化の可能性について検討を行い, 以下の結論を得た.

1. Al-Si 共晶融点以上の 580, 590, 600 °C いずれの試験温度でも後方押し加工で所定の FGM カップを成形できたが, 明りように Si 粒子の微細化を観察できるのは 580, 590 °C の結果であり, 600 °C での結果は相対的に微細化の様相が明りようではない.
2. クロスヘッド速度一定の後方押し加工において, 580 °C の試験では圧縮速度が大きいほど Si 粒子は微細化するが, 590 °C の試験では圧縮速度の増加と Si 粒子微細化との間に単純な相関関係は認められない.
3. 半熔融加工における Al-Si FGM 中の Si 粒子微細化には, 塑性流動と粘性流動の複合効果が考えられ, Al-Si 共晶組成融点直上の 580 °C 付近での加工が要素材料としての実用化に適した条件であると思われる.

## 参 考 文 献

- (1) Fukui, Y., Okada, H., Kumazawa, N., and Watanabe, Y., “Near Net Shape Forming of Al-Al<sub>3</sub>Ni FGM over Eutectic Melting Temperature”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 31A, No. 10 (2000), pp. 2627-2636.
- (2) Yamagiwa, K., Watanabe, Y., Matsuda, K., Fukui, Y., and Kapranos, P., “Characteristic of Al-Al<sub>3</sub>Fe Eco- Functionally Graded Material through Near-Net-Shape Forming over Eutectic Melting Temperature”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. A416, Nos. 1-2 (2006), pp. 80-91.
- (3) 福井泰好, 岡田裕, 熊澤典良, 渡辺義美, 山中昇, 清宮義博, “真空遠心力法による Al-Al<sub>3</sub>Fe 傾斜機能材料の作製とその機械的性質評価”, *軽金属*, Vol. 49, No.1 (1999), pp.35-40.
- (4) 加藤雅治, 熊井真次, 中尾晋, *材料強度学*, (1999), 朝倉書店.
- (5) Takamiya, H., Okada, H., Sakai, Y., and Fukui, Y., “Smoothed particle hydrodynamics analysis on semi-solid metal forming process”, *Japan Journal of Industrial and Applied Mathematics*, Vol. 28 (2011), pp. 183-203.
- (6) Hart ,E.W., “Theory of the tensile test”, *Acta Metallurgica*, Vol.15, No.2 (1967), pp. 351-355.
- (7) Yurko, J.A. and Flemings, M.C., “Rheology and Microstructure of Semi-Solid Aluminum Alloys Compressed in the Drop Forge Viscometer”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 33A, No.8 (2002), pp. 2737-2746.
- (8) 上林洋樹, 日高望, 有馬武城, 熊澤典良, 福井泰好, “落下鍛造型粘度計で圧縮した Al-SiC 複合材料の変形挙動”, *日本機械学会論文集 A 編*, Vol. 76, No. 772 (2010), pp.1735-1740.
- (9) Torquato, S., “Modeling of physical properties of composite materials”, *International Journal of Solids and Structures*, Vol.37 (2000), pp. 411-422.

## 第4章 落下鍛造型試験機による半溶融過共晶 Al-Si合金の粘性測定

4.1 はじめに

4.2 実験方法

4.2.1 落下鍛造型粘度計

4.2.2 供試材と試験片

4.2.3 計測手順

4.3 解析方法

4.3.1 粘性係数

4.3.2 せん断速度

4.4 実験結果及び考察

4.4.1 円柱試験片の変形

4.4.2 粘性係数とせん断速度関係

4.5 変形時間と粘性係数関係

4.6 まとめ

参考文献



## 第4章 落下鍛造型試験機による半熔融過共晶 Al-Si 合金の粘性測定

### 4.1 はじめに

私たちはアルミニウム基合金を用いた半熔融加工実験に取り組み、粗大で硬い固体粒子を含む材料の半熔融加工の効果として、適切な条件下では粗大粒子が微細化することを報告し<sup>(1)(2)</sup>、粗大な Si 粒子を含む過共晶 Al-Si 合金でも同様に半熔融加工によって微細な Si 粒子の分散が達成されることを報告している<sup>(3)</sup>。

商業用半熔融加工過程では、半凝固あるいは半熔融状態とみなす固液共存状態の半熔融スラリーを、0.1 秒以下の短時間に  $10^2 \sim 10^4 \text{ s}^{-1}$  の高せん断速度で金型に充填している。その中で、固液共存材料の流動挙動を特徴づけるパラメータの一つが粘性係数であり、半熔融加工で必要とされる高せん断速度での連続的な粘性係数解析のため、Yurko と Flemings は、平行板圧縮型粘度計<sup>(4)</sup>を基本にした MIT モデルと称する落下鍛造型粘度計を開発し、レオロジー特性を報告している<sup>(5)</sup>。この装置を参照して、私たちはレーザ変位計で連続測定する圧縮変位に基づき、粘性係数やせん断速度を求める落下鍛造型粘度計を作製し、半熔融加工で要求される高せん断速度での粘性係数等の温度依存性を報告している<sup>(6)</sup>。

第1章で前述したように、過共晶 Al-Si 系合金の実用化は、粗大で硬い Si 粒子の分散がもたらす難加工性という欠点により妨げられている。この欠点を克服するためには、粗大な Si 粒子の微細化により改善できると考える。そこで、過共晶 Al-Si 系合金の Si 粒子微細化を達成するため、半熔融加工における最適条件を検討することは、要素・構造用材料としての用途を広げるために有用であり、Si 粒子微細化に寄与する粘性係数やせん断速度を計測し、圧縮加工時の変形挙動を把握することが重要である。よって、本章では、優れた特性の活用が期待される過共晶 Al-Si 系合金の実用化を目指した半熔融加工における変形挙動の検討を目的

とする．そのため，市販の Al-25 mass % Si 合金を供試材として，自製の落下鍛造型粘度計を用いて固体 Si 粒子を含有する半熔融材料の  $10^4 \text{ s}^{-1}$  程度の高せん断速度域までの連続的な流動挙動の解析を行うとともに，実験で観察された挙動について考察を行った．

## 4.2 実験方法

### 4.2.1 落下鍛造型粘度計

高せん断速度での連続的な半熔融金属材料の流動挙動を解析するために作製した落下鍛造型粘度計の概略図を図 4-1 に示す。この粘度計は、試験片を設定温度に加熱するための電気炉、試験片を上下の平行面で圧縮するために落下する上板と下板となるコンテナ、試験を監視しデータの解析等を行う計算機で構成されている。上板には棒が取り付けられ、電磁チャックにより吊されている。上板落下時の運動エネルギーにより試験片を圧縮するが、その変位測定にはサンプリング速度  $0.02 \text{ ms}$  のレーザ変位計を用いている。なお、圧縮速度は、上板の設置高さおよび質量の調整によって変えることができる。一方、試験片を設置する下板は、高速圧縮時の熔融試験片の飛散による電気炉の損傷を防ぐためコンテナ型として

### 4.2.2 供試材と試験片

供試材は市販の Al-25 mass % Si 合金で、その化学組成は、24.7 mass % Si, 0.14 mass % Fe, balance Al である。試験片は、インゴットから切り出した半径  $R_0 = 10 \text{ mm}$ 、高さ  $h_0 = 15 \text{ mm}$  の円柱である。試験設定温度は、図 2-3 で示す Al-Si 状態図<sup>(7)</sup>を参照し、共晶温度の  $577 \text{ }^\circ\text{C}$  以上の  $578 \text{ }^\circ\text{C}$  から  $590 \text{ }^\circ\text{C}$  の温度範囲とした。圧縮板の質量は、基準値とした  $7.6 \text{ kg}$  と比較のための  $7.1, 9.2 \text{ kg}$  である。これら 7 通りの試験条件を表 4-1 にまとめて示す。なお、本実験では、 $10^4 \text{ s}^{-1}$  程度までの高せん断ひずみ速度におけるデータを収集するため、上板の落下高さを  $30 \text{ cm}$  とした。

試験は、電気炉中のコンテナ中央、落下する上板の直下に軸合わせして置いた円柱試験片を、設定温度に 30 分保持した後に開始する。その際、電気炉の温度制御は、試験片を置くコンテナ下部に挿入した熱電対での温度計測結果を利用した内部モデル制御によって行った。後述するように、計測した変位 vs 時間関係に基づき試験片の粘性係数や圧縮中のせん断速度を求める。試験片温度と制御温度と

の不可避に生じる温度差をあらかじめ測定し補正したが、温度誤差は±2 °C程度であった。なお、試験温度の値それ自体は、粘性係数の解析手順におけるパラメータとなるものではない。

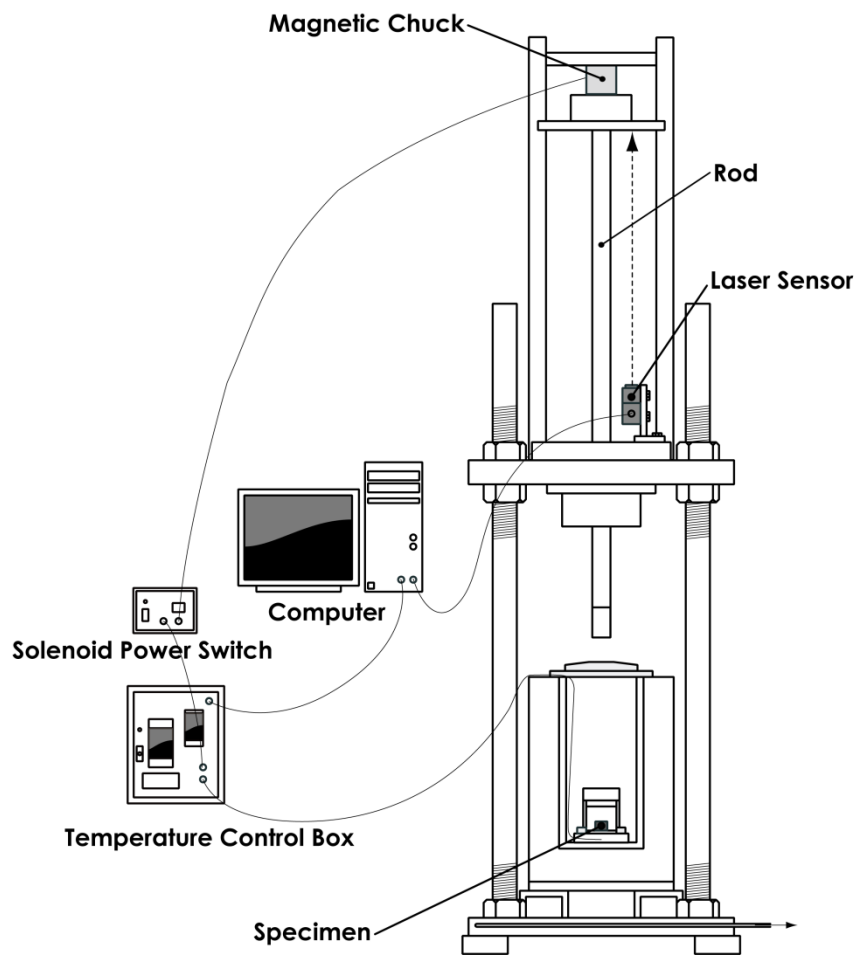


Fig. 4-1 Schematic diagram of experimental apparatus.

Table 4-1 Summary of experimental.

Number of Specimen	①	②	③	④	⑤	⑥	⑦
Tested Temperature [°C]	578	582	586	590	586	590	586
Applied Load [kg]	7.6	7.6	7.6	7.6	7.1	7.1	9.2

#### 4.2.3 計測手順

圧縮中の試験片変位は、レーザ変位計を用いて落下開始から 2 s の間、サンプリング速度 0.02 ms で測定する上板の変位から求める。上板の落下開始から静止までの変位 vs 時間データのうち、解析に利用するデータの有効部分は、上板の速度が自由落下の終了に伴い減速を開始する時点から 0 となる間のデータである (図 4-2 参照)。すなわち、上板が試験片に接触した瞬間から圧縮が完了する範囲となる。しかし、変位 vs 時間関係の測定結果において、その区間を明確に定めることは困難な場合があり、データの不確かさを排除するため、推定減速範囲の片側ないしは両側 10 % を除いた区間を変形の実効時間とした。解析に必要な速度 ( $dh/dt$ )、加速度 ( $d^2h/dt^2$ ) を求めるに当たっては、測定値に含まれるノイズの影響を除去するため多項式近似曲線を用いた。なお、 $h$  は時刻  $t$  における試験片高さである。また、ローパスフィルタを用いて高周波ノイズを除去したデータ処理結果との間に、この取扱いの影響は認められなかった。

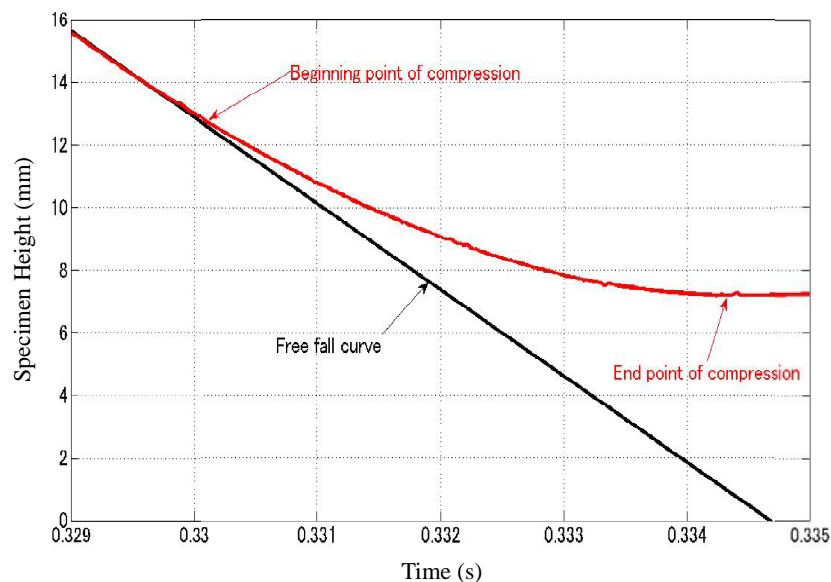


Fig. 4-2 Range of analysis.

### 4.3 解析方法

#### 4.3.1 粘性係数

本研究に用いた落下鍛造型粘度計は平行板圧縮型粘度計の原理に基づくもので、Stefan の式<sup>(4)</sup>で粘性係数を解析する。流動は半径方向、流体は非圧縮性、接触面での滑りは無く、円柱試験片の全体積は上下圧縮板の間にあるということを仮定し、運動と連続の式は、円柱座標系  $(r, \theta, z)$  を用いてそれぞれ、

$$\frac{\partial P}{\partial r} = \mu \frac{\partial^2 v_r}{\partial z^2} \quad (4-1)$$

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r v_r) + \frac{\partial v_z}{\partial z} = 0 \quad (4-2)$$

と表される。ここで、 $P$  は圧力、 $v$  は速度、 $\mu$  は粘性係数、 $v_r$  と  $v_z$  はそれぞれ速度の  $r$  と  $z$  方向成分である。この関係を解いて求められる Stefan の式は、

$$F = -\frac{3\mu V^2}{2\pi h^5} \left( \frac{dh}{dt} \right) \quad (4-3)$$

となる。ただし、 $F$  は試験片に負荷した力、 $V$  は試験片の体積である。

落下鍛造型粘度計において、試験片に負荷した力と粘性力の釣り合い関係は、次式で表すことができる。

$$m_p \left( g + \frac{d^2 h}{dt^2} \right) = -\frac{3\mu V^2}{2\pi h^5} \left( \frac{dh}{dt} \right) \quad (4-4)$$

ただし、 $m_p$  は落下板の質量、 $g$  は重力加速度である。この式(4-4)から、体積平均値となる粘性係数  $\mu$  は、

$$\mu = -2m_p h^5 \left( g + \frac{d^2 h}{dt^2} \right) / \left( 3\pi R_o^4 h_o^2 \frac{dh}{dt} \right) \quad (4-5)$$

となる。なお、Stefan の式は慣性項を含まない定常状態近似であるが、慣性力の

及ぼす影響は小さく，無視することができる。

#### 4.3.2 せん断速度

ニュートン流体からなる円柱試験片を圧縮するときのせん断速度 $\dot{\gamma}$ は，

$$\dot{\gamma} = -\frac{6rz}{h^3} \frac{dh}{dt} \quad (4-6)$$

と表される<sup>(8)</sup>。試験片を圧縮する下板上に $z=0$ の位置をとれば，せん断速度の体積平均値 $\dot{\gamma}_{av}$ は，

$$\dot{\gamma}_{av} = \frac{2\pi}{V} \int_0^R \int_0^{h/2} \dot{\gamma} r dr dz = -\frac{R}{2h^2} \frac{dh}{dt} = -\frac{R_0 h_0^{0.5}}{2h^{2.5}} \frac{dh}{dt} \quad (4-7)$$

となる。ここで， $R$ は時刻 $t$ における試験片半径であり，この半径 $R$ は試験片体積 $V$ と時刻 $t$ での試験片高さ $h$ が既知なので，体積一定の条件に基づき求めることができる。なお，本論文で取扱うせん断速度は，式(4-7)の体積平均せん断速度である。



## 4.4 実験結果及び考察

### 4.4.1 円柱試験片の変形

試験で圧縮された Al-25 mass % Si 合金円柱試験片の典型的な様相を図 4-3 に示す。図 4-3 は基準試験負荷 7.6 kg で測定した結果を相当ひずみ（圧縮ひずみ） $|\bar{\epsilon}|$  の大きさ順にまとめたもので、試験片①の図 4-3(a)は $|\bar{\epsilon}|=0.30$ の結果、試験片②の図 4-3(b)は $|\bar{\epsilon}|=0.50$ の結果、試験片③の図 4-3(c)は $|\bar{\epsilon}|=0.85$ の結果、試験片④の図 4-3(d)は $|\bar{\epsilon}|=1.15$ の結果となっている。この相当ひずみは、

$$|\bar{\epsilon}| = \log(h_0/h_a) \quad (4-8)$$

の関係で求めた。ただし、 $h_0$ と $h_a$ は、試験前後の試験片高さ（厚さ）である。

図 4-3 に示す試験片は、延性材料の単軸圧縮試験で観察されるたる型の変形とは異なる形状で、内部から溶湯が染み出て固まったような様相であり、すべての試験片は半熔融状態であったと認められる。特に圧縮変位 $\Delta h$ が最大の図 4-3(d)は、圧縮に伴い熔融部分が試験片から飛散してコンテナ壁に衝突した状況で、素材の著しい軟化を示唆する様相となっている。図 4-3 に示した基準試験負荷 7.6 kg での定性的な状況は、固体に近い流動抵抗が大きい温度条件では小変形のうちに上板の運動エネルギーが消費され実験は終了し、続く昇温による流動抵抗の減少効果で変形量が相対的に大きくなり、さらなる昇温に伴う液体に近い流動抵抗の大きな減少がより大きな変形をもたらすという試験結果を表している。

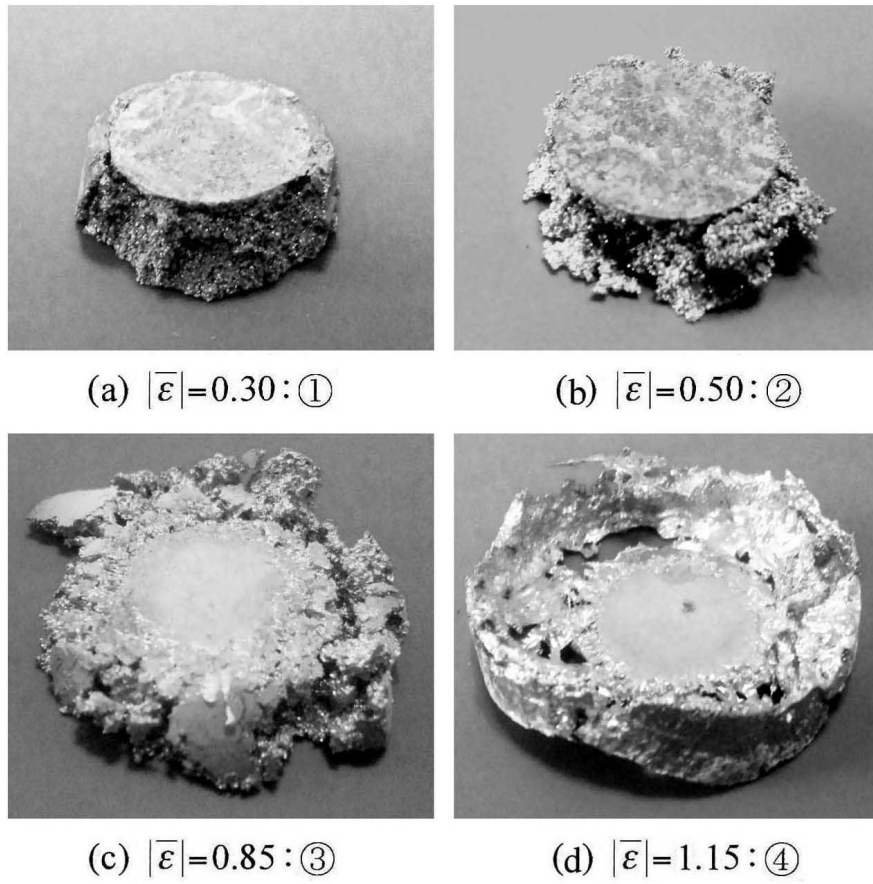


Fig. 4-3 Deformed specimens after compression in the Drop-Forged viscometer. Applied mass is 7.6 kg.

#### 4.4.2 粘性係数とせん断速度関係

粘性係数およびせん断速度解析に必要な、レーザ変位計を用いて計測した変位 vs 時間データのうち、試験片高さと変形の実効時間（せん断時間）との関係として整理した有効データ部分を図 4-4 に示す。次に、この変位 vs 時間曲線から図 4-5 に一例を示す一次微係数 ( $dh/dt$ ) と二次微係数 ( $d^2h/dt^2$ ) の速度 vs 時間曲線と加速度 vs 時間曲線を求め、式 (4-5) で算出した粘性係数 vs 時間曲線の結果を図 4-6 に示す。その分布曲線は変形初期の粘性係数の減少とその後の増加傾向を示す凹型形状となっている。図 4-7 に示すのは、式 (4-7) を用いて求めたせん断速度 vs 時間曲線であり、時間の経過につれ増加した後減少する凸型の曲線形状で、粘性係数とは逆の傾向を示している。ここで、負荷荷重の増減に伴う影響は、試験温度の昇降と同様な効果があるので、粘性係数による画一的な半熔融加工条件の評価は、温度条件と負荷条件の両者の影響を包含させるのに適切と考えられる。

図 4-8 は、本研究で測定した粘性係数とせん断速度との関係を両対数グラフ上に表したものである。図 4-8 中の曲線に付した矢印が変形進行方向であり、丸印で表す粘性係数最小値と対応するせん断速度の値は表 4-2 にまとめて示してある。粘性係数 vs せん断速度曲線の結果は、定性的に落下鍛造型粘性試験の前半部で上板の持つ大きな運動エネルギーの負荷によってせん断速度が増加し、これに伴い粘性が低下するが、その後の運動エネルギーの減少につれてせん断速度が低下するので粘性は増加に転じると説明できる。すべての試験片でせん断速度の増加が粘性係数の減少をもたらす、粘性係数の最小値は最大せん断速度を過ぎた点である。

本研究で測定した粘性係数は数百 Pa·s～数百 kPa·s の範囲、また、せん断速度は  $10\text{ s}^{-1}$ ～ $1000\text{ s}^{-1}$  の範囲という結果である。図 4-8 に示した粘性係数 vs せん断速度の関係を総括すると両対数グラフ上で直線関係が認められ、せん断速度の増加に対して粘性係数が減少するという定性的な結果を定量的に評価するため、粘性

係数 $\mu$  [Pa·s] とせん断速度 $\dot{\gamma}$  [s<sup>-1</sup>] との近似関係を求めた。図 4-8 中に鎖線で示すこの直線関係は、

$$\mu = 1.78 \times 10^7 \dot{\gamma}^{-1.5} \quad (4-9)$$

と整理できる。両対数グラフ上で直線の傾きが-1.5 という値は、せん断速度の粘性係数に及ぼす影響に関して、これまでの結果<sup>6)</sup>との差異は認められないことを示している。なお、半熔融加工が追求する、固体に近い塑性加工では得られないニアネットシェイプの獲得を目指すという立場と、液体に近い鑄造では得られない優れた機械的性質を獲得するという立場のトレードオフの観点からは、塑性加工と鑄造の利点の協調点を粘性係数の変形に及ぼす影響という視点で考察する必要がある。

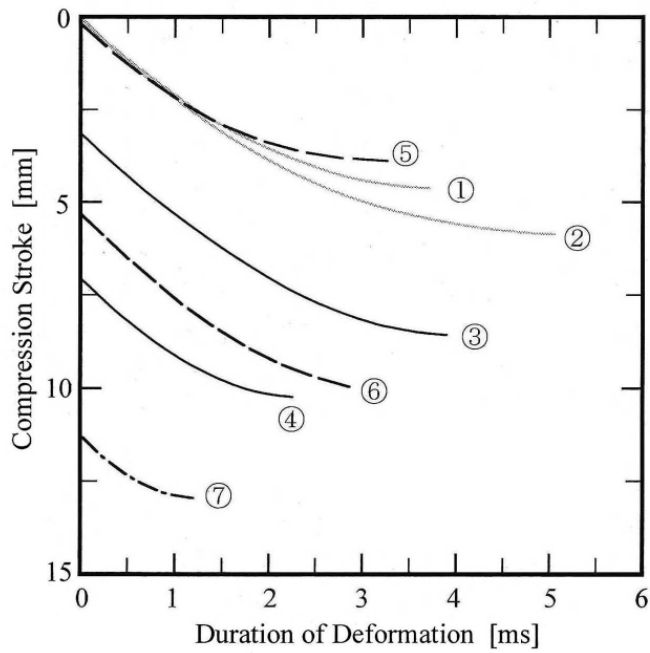


Fig. 4-4 Compression stroke as a function of duration. Numbers are referred to Table 4-1.

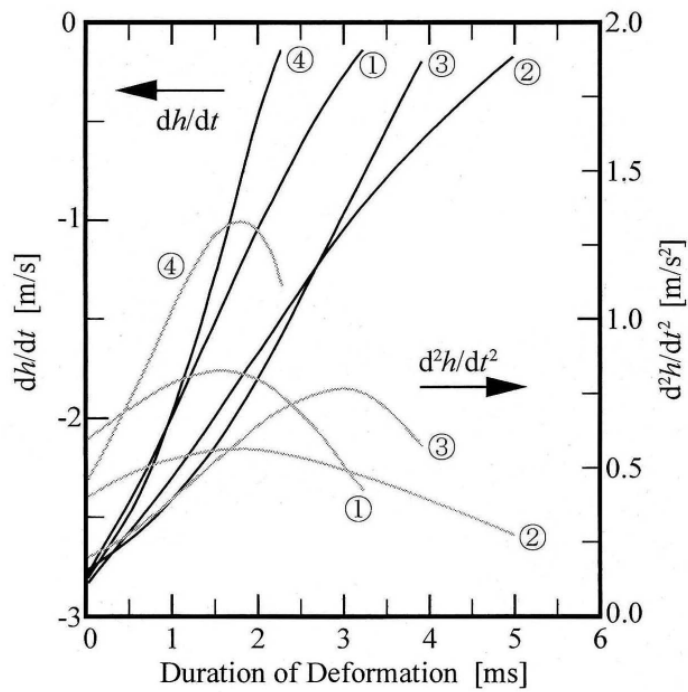


Fig. 4-5 Variations of velocity and deceleration as a function of duration. Numbers are referred to Table 4-1.

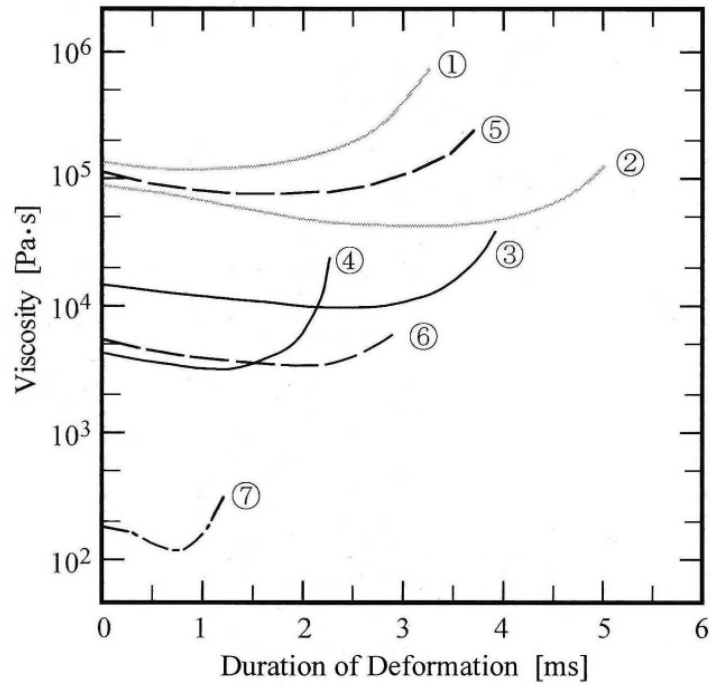


Fig. 4-6 Variation of viscosity as a function of duration. Numbers are referred to Table 4-1.

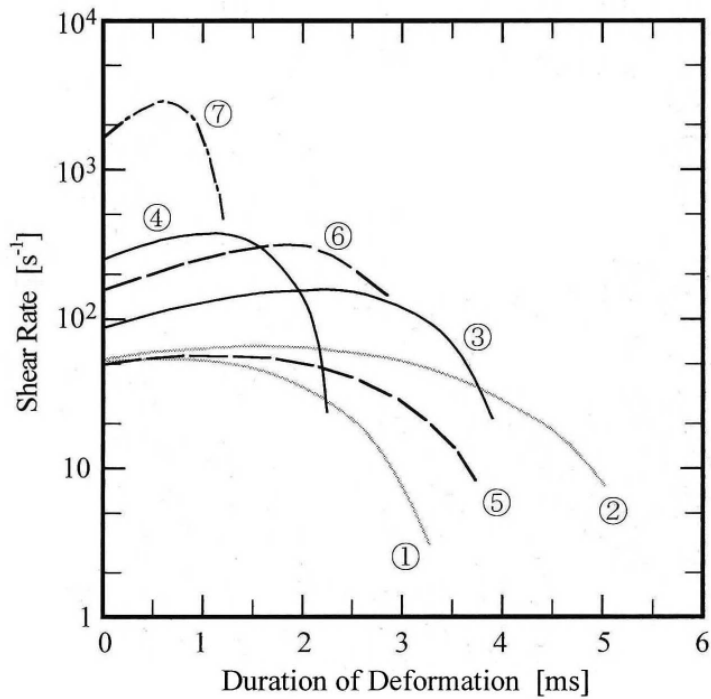


Fig. 4-7 Variation of shear rate as a function of duration. Numbers are referred to Table 4-1.

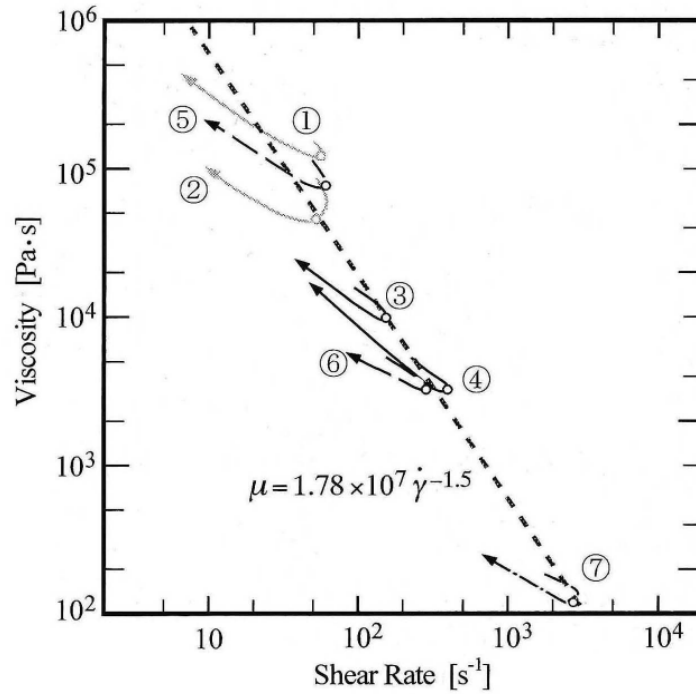


Fig. 4-8 Summary of viscosity as a function of shear rate. Open circle and arrow indicate the minimum and the final stage, respectively. Numbers are referred to Table 4-1.

Table 4-2 Summary of minimum viscosity and corresponding shear rate shown in Figure 4-8.

Specimen Number	①	②	③	④	⑤	⑥	⑦
Minimum Viscosity [kPa·s]	118.5	41.8	9.67	3.21	75.0	3.39	0.123
Shear Rate [s <sup>-1</sup> ]	55.6	65.0	161.2	370.1	57.9	312.1	2888

#### 4.5 変形時間と粘性係数関係

変形時間 vs 粘性係数の関係を示す図 4-9 において、黒丸のプロット点は、上板落下に伴う図 4-4 に示した変形の実効時間と表 4-2 に示した粘性係数の代表値との関係をまとめた結果であり、実線がその補間曲線である。解析に利用するせん断力が作用する期間を表す実効時間は、上板の落下に伴う変位 vs 時間データのうち、上板の速度が自由落下の終了に伴い減速する時点から圧縮が終了するまでの範囲となる。なお、落下鍛造型粘性試験において試験片にせん断力が作用する実効時間は、図 4-3(a)~(d)に例示したアルミニウムの母相が固体に近い時から、半熔融の圧縮された試験片がコンテナ壁に接触していない状況を経て、圧縮された試験片の一部が飛散しコンテナ壁に衝突するまでの、各試験片での様相を生み出す変形時間である。

図 4-9 に黒丸で示す与えられた上板の運動エネルギーが試験片圧縮に費やされる実効時間は、約  $30 \text{ kPa}\cdot\text{s}$  の粘性係数で約  $5 \text{ ms}$  の最大値をとり、この粘性係数の最大値  $30 \text{ kPa}\cdot\text{s}$  に対応するせん断速度は、式 (4-9) の関係より  $70 \text{ s}^{-1}$  という値になる。このように分布する運動エネルギーの実効時間は、粘性係数すなわち試験片の硬さないしは柔らかさに関連していると考えられる。すなわち、図 4-9 で温度上昇に伴う粘性係数の減少による実効時間への効果を考慮するとき、粘性係数が大きい右側領域では、小変形のうちに運動エネルギーは消費され、粘性係数が減少するにつれて変形抵抗の低下効果で変形時間は増加するが、左側領域へとさらなる軟化の進行によって運動エネルギーを吸収するのに十分な変形をなすことができなくなり実効時間は減少に転じるためと説明できる。

図 4-9 に実線で近似した凸型形状の実効時間と粘性係数の関係の生じる原因について、その変形速度変化に着目して定量的に考察する。考察に当たって、落下する上板の速度変化と圧縮ストロークとの関係を図 4-10 に示すように簡略化して表すとともに、試験片の初期高さ、解析開始高さ、解析終了高さをそれぞれ  $h_0$ 、 $h_1$ 、 $h_2$  とする。さらに、図 4-9 を参照しつつ、実効時間の最大値を与える  $30 \text{ kPa}\cdot\text{s}$



を基準の遷移点として、高粘性係数の試験片①, ⑤, ②での結果 ( $h_0=h_1$ ) と低粘性係数の試験片③, ⑥, ④, ⑦の結果に分けて検討する。ここで、落下鍛造型粘度計の上板を高さ  $h=30\text{ cm}$  の距離で落下させるとき、試験片接触時の初速  $v_{\max}$  は、負荷質量には独立で摩擦等の抵抗を無視すると約  $2.4\text{ m/s}$  ( $=\sqrt{2gh}=\sqrt{2\times 9.8\times 0.3}$ ) である。それゆえ、減速することなく一定速度で距離  $15\text{ mm}$  を自由落下するのに要する時間は、図 4-9 中の点線  $\overline{DF}$  で示す約  $6.2\text{ ms}$  であり、この値が本実験で用いた  $h_0=15\text{ mm}$  の試験片を圧縮するときの最長時間となる。

粘性係数が相対的に大きい試験片①, ⑤, ②の結果は、図 4-10 に示す速度 vs 圧縮量の近似関係で速度がそれぞれ  $\overline{OA}$ ,  $\overline{OE}$ ,  $\overline{OB}$  に沿って変化し、小変形の間には最大速度から 0 まで減速する場合である。このとき、粘性係数が低下するにつれて圧縮量  $\Delta h$  ( $=h_0-h_2$ ) は徐々に増加するが、図 4-10 の速度変化  $\overline{OA}$ ,  $\overline{OE}$ ,  $\overline{OB}$  から求まる平均速度  $v_{\text{av}}$  は一定と見なせるので、変形時間  $t$  ( $=\Delta h/v_{\text{av}}$ ) は圧縮量に比例する。この計算結果 (白印) と実験値 (黒印) とは一致し、図 4-9 に示す実線  $\overline{AB}$  の関係に従う。なお、最大速度から 0 まで減速するときの平均速度  $v_{\text{av}}$  は、

$$v_{\text{av}} = v_{\max} / 2 = \sqrt{gh/2} \quad (4-10)$$

と近似でき、本実験における  $v_{\text{av}}$  は約  $1.2\text{ m/s}$  である。

一方、低粘性係数領域での変形時間は、図 4-9 に示す点線  $\overline{BED}$  に従うと予想されるが、実験結果は  $\overline{BED}$  に従わない。ここで、低粘性係数領域の試験片③, ⑥, ④, ⑦の変位-時間データは、接触後の変形に伴う減速の検知が一定区間 ( $h_0$  から  $h_1$  の間) 困難で、運動エネルギーの吸収による減速を検知できる状況をもたらす遊び時間の存在の可能性を示唆している。この示唆を満足するように、上板落下速度変化の概念を示した図 4-10 では、試験片③, ⑥, ④, ⑦が、それぞれ  $\overline{Oc} - \overline{cC}$ ,  $\overline{Of} - \overline{fF}$ ,  $\overline{Od} - \overline{dD}$ ,  $\overline{Og} - \overline{gG}$  の速度変化経路をとると仮定する。すなわち、図 4-10 において、区間  $\overline{Oc}$ ,  $\overline{Of}$ ,  $\overline{Od}$ ,  $\overline{Og}$  ( $=h_0-h_1$ ) がそれぞれ試験片③, ⑥, ④, ⑦での明確な減速の開始を検知できない一定速度  $v_{\max}$  で変形する遊び時間 ( $=$

$(h_0-h_1)/v_{\max}$  の発生に対応し、この期間以降の区間  $\overline{cC}$ ,  $\overline{fF}$ ,  $\overline{dD}$ ,  $\overline{gG}$  ( $=h_1-h_2$ ) が、圧縮に伴う減速により平均速度  $v_{av}$  で変形する実効時間 ( $=h_1-h_2/v_{av}$ ) の部分を表している。計算結果の実効時間を図 4-9 中に白丸のプロット点で示すが、実験値と一致する。また、図 4-9 中の四角のプロット点で示す実効時間と遊び時間の和の全変形時間は一点鎖線で示す曲線分布となり、粘性係数の低下につれて点線  $\overline{DE}$  で示す約 6.2 ms に漸近する。

この考察は、図 4-9 において実線で示す黒丸の実験結果の補間曲線と鎖線で示す白丸の計算結果の補間曲線が一致するという定量的評価を導きだし、落下鍛造型粘性試験で凸型形状の実効時間 vs 粘性係数の関係が生じる原因を述べている。すなわち、粘性係数が大きい領域では小変形のうちに運動エネルギーは消費されて試験は終了するが、母合金の軟化に伴う変形抵抗の減少効果で変形時間が徐々に増加した後、さらなる軟化の進行によって運動エネルギーを吸収するために遊び時間（例えば、試験片の変形に伴う断面積の増加期間）を伴った大変形をするに至るといふ過程の定量化である。この遊び時間の期間は、高いせん断速度を生じる鑄造に対応する加工条件に至る過程で生じたものと見なせる。図 4-9 に示した最長の実効時間を要する粘性係数値は、主たる成形プロセスが塑性加工から鑄造へあるいは鑄造から塑性加工へと遷移する点を与えていると推測できるので、塑性加工と鑄造の両者の利点を生かす半溶融加工の最適条件を示していると考えられる。それゆえ、この落下鍛造型粘度計を用いて半溶融加工が行われる高せん断速度域での変形時間 vs 粘性係数関係を測定すれば、半溶融加工の最適条件を求めることができると思われる。

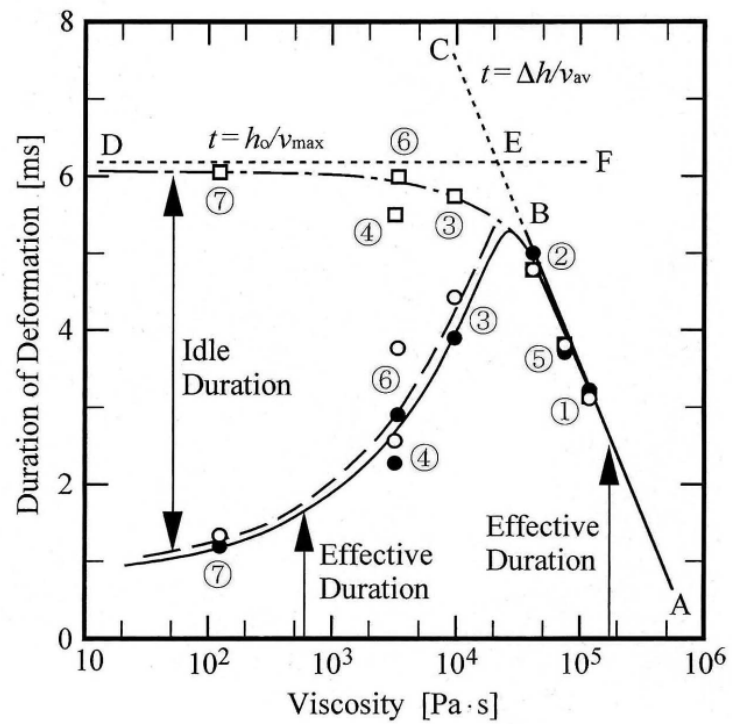


Fig. 4-9 Comparisons of variations of observed duration, solid mark, and estimated duration, open mark, as a function of viscosity. Numbers are referred to Table 4-1.

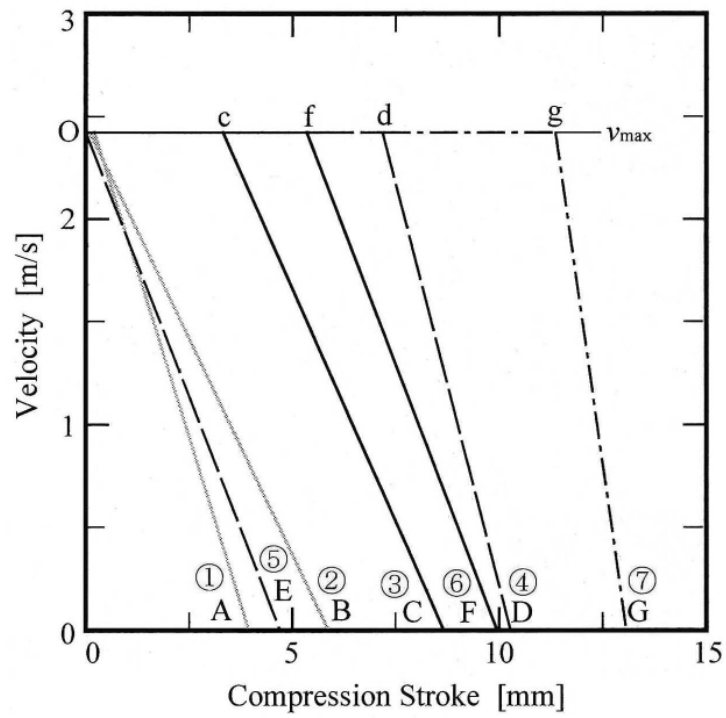


Fig. 4-10 Comparisons of variation of idealized velocity as a function of compression stroke. Numbers are referred to Table 4-1.

## 4.6 まとめ

本研究では、半熔融加工による粗大で硬い Si 粒子を含む過共晶 Al-Si 合金実用化の可能性についての検討のため、Al-25 mass% Si 合金円柱試験片を用いて、落下鍛造型粘度計で半熔融加工が行われる高せん断速度域での粘性係数等を解析し、以下の結論を得た。

1. すべての試験片は、内部から溶湯が染み出たような半熔融状態での変形様相で、温度の上昇、圧縮質量の増加に伴い圧縮変位が増し、固体に近い流動条件から液体に近い流動条件での試験結果と認められる。
2. 粘性係数は数百 Pa·s～数百 kPa·s の範囲、せん断速度は十 s<sup>-1</sup>～数千 s<sup>-1</sup> の範囲という測定結果で、試験温度の上昇および圧縮質量の増加につれて粘性係数は減少し、せん断速度は増加する。
3. 粘性係数 $\mu$  [Pa·s] の低下に伴いせん断速度 $\dot{\gamma}$  [s<sup>-1</sup>] が上昇する関係は、 $\mu = 1.78 \times 10^7 \dot{\gamma}^{-1.5}$  と表示でき、半熔融加工の最適条件を温度や負荷条件で単純に評価することはできない。
4. 変形時間 vs 粘性係数の関係は、試験片変形の実効時間は粘性係数が約 30 kPa·s になるまで数 ms から 5 ms まで増加し、それ以上の粘性係数では減少する凸型形状の曲線分布となる。
5. 変形実効時間の凸型曲線分布は、主たる半熔融加工成形過程の塑性加工と鑄造間での遷移を示し、遷移点での粘性係数 30 kPa·s が供試材における半熔融加工の最適条件と思われる。

## 参 考 文 献

- (1) Fukui, Y., Okada, H., Kumazawa, N., and Watanabe, Y., “Near Net Shape Forming of Al-Al<sub>3</sub>Ni FGM over Eutectic Melting Temperature”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 31A, No. 10 (2000), pp. 2627-2636.
- (2) Yamagiwa, K., Watanabe, Y., Matsuda, K., Fukui, Y., and Kapranos, P., “Characteristic of Al-Al<sub>3</sub>Fe Eco-Functionally Graded Material through Near-Net-Shape Forming over Eutectic Melting Temperature”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. A416, Nos. 1-2 (2006), pp. 80-91.
- (3) 奈良大作, 熊澤典良, 福井泰好, “Al-Si 傾斜機能材料の半溶融加工に伴う Si 粒子微細化”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol. 78, No.795 (2012), pp. 1575-1582.
- (4) Dienes, G.J. and Klemm, H.F., “Theory and Application of the Parallel Plate Plastometer”, *Journal of Applied Physics*, Vol. 17 (1946), pp. 458-471.
- (5) Yurko, J.A. and Flemings, M.C., “Rheology and Microstructure of Semi-Solid Aluminum Alloys Compressed in the Drop Forge Viscometer”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol.33A, No.8 (2002), pp.2737-2746.
- (6) 上林洋樹, 日高望, 有馬武城, 熊澤典良, 福井泰好, “落下鍛造型粘度計で圧縮した Al-SiC 複合材料の変形挙動”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol. 76, No.772 (2010), pp. 1735-1740.
- (7) Massalski, T. B., *Binary Alloy Phase Diagrams*, Second Edition Plus Updates on CD-ROM Version 1.0 (1996), ASM International.
- (8) Laxmanan, V. and Flemings, M.C., “Deformation of Semi-Solid Sn-15 Pct Pb Alloy”, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 11A, No.12 (1980), pp.1927-1937.

## 第5章 ウェーブレット解析による半溶融加工 条件の最適化

### 5.1 はじめに

### 5.2 実験及び解析方法

#### 5.2.1 供試材と半溶融加工実験装置

#### 5.2.2 ウェーブレット解析

### 5.3 ウェーブレット解析の実装

#### 5.3.1 半溶融加工開始点の検出

#### 5.3.2 閾値の決定

#### 5.3.3 半溶融加工実験

### 5.4 実験結果と考察

#### 5.4.1 半溶融加工後の試験片の様相

#### 5.4.2 せん断速度と粘性係数

#### 5.4.3 Si 粒子微細化の評価

### 5.5 まとめ

### 参考文献

## 第5章 ウェーブレット解析による半溶融加工条件の最適化

### 5.1 はじめに

第3章で述べたように過共晶 Al-25 mass % Si 合金で作成した FGM では、粗大な Si 粒子が共晶融点直上温度での加工で組織微細化が観察されており、半溶融加工による Si 粒子微細化過程を詳しく検討することが必要である。これまでの結果から Si 粒子微細化過程を検討する上で、半溶融状態の見極めとその状態に応じた加工開始点の把握がポイントであると考え、そこで温度上昇時の固体⇒半溶融体⇒液体となる変形過程を周波数解析により監視することで半溶融開始点を検出可能と考え、本実験ではウェーブレット解析を用いて検討する。

ウェーブレット解析は 1980 年頃に石油探査技師 J・Morlet により考案され、これまで利用されてきたフーリエ解析と同様に信号の周波数成分を抽出し解析することができる。しかし、フーリエ解析と異なる点として、時間軸の情報を保持したまま周波数成分を抽出することができることに加え、低周波領域では周波数解像度が向上し、逆に高周波領域になると時間解像度が向上するという優れた特徴を持つことが知られている。そのため、信号の局所的な挙動や不連続点の検出に有効な解析法であり、非定常信号の時間一周波数解析に使用されている。ウェーブレット係数により信号の不連続性を捕らえる<sup>(1)</sup>ことが可能なことから、近年、雑音除去<sup>(2)</sup>、データ圧縮や画像処理<sup>(3)</sup>、システム同定<sup>(4)</sup>、機械加工時の工具欠損検知<sup>(5)</sup>や複合材料の破壊特性の評価<sup>(6)</sup>など幅広い分野で応用されている。

一方、半溶融状態の検出においては Al-Al<sub>3</sub>Ni FGM のウェーブレット解析による半溶融加工試験で報告されている<sup>(7)</sup>ように、過共晶 Al-Si 合金でも同様に、線形→非線形への材料特性値遷移が、温度上昇に伴う固体から液体への変化の過程で弾性、塑性、粘性という変形特性変化と絡み合った状態で生じると考えられる。



それゆえ、温度変化に伴う変形特性の不連続変化がウェーブレット解析によって検出でき、それにより材料特性値の変化を把握できることから半溶融状態の特定が可能と考える。さらにウェーブレット解析によって得られた条件は、融点直上の融点に近い温度ゆえに半溶融加工の最適条件であると推測できる。すなわち、応力ひずみ関係を用いた試験片の温度上昇に伴う変位挙動からウェーブレット解析により過共晶 Al-Si 合金の半溶融開始点を検出し、その検出点で圧縮加工を施せば優れた微細組織を得られるはずである。しかも、Si 粒子の微細化によってホールペッチの関係から予測される優れた機械的性質の獲得が期待できる。

以上の見地より、本研究では半溶融加工における最適条件を検討するため、ウェーブレット解析を実装した半溶融圧縮試験機を作製し、適切な半溶融状態の検出を目的とした。また、ウェーブレット係数が半溶融状態を示す一つの指標になるか否かの可能性について、Al-25 mass%Si 合金を供試材として半溶融圧縮実験をウェーブレット解析で検出した条件下において実施し、Si 粒子微細化に及ぼす影響について考察した。

## 5.2 実験及び解析方法

### 5.2.1 供試材と半溶融加工実験装置

本実験で使用した供試材は市販の Al-25 mass%Si 合金で、その化学組成は、24.7 mass% Si, 0.14 mass% Fe, balance Al である。試験片は、インゴットから切り出した直径 20 mm, 高さ 15 mm の円柱試験片を用いた。図 2-3 に示す Al-Si 二元状態図<sup>8)</sup>を参照すると、Al-25 mass%Si 合金は約 577°C で母相が固相から液相に変化し始め固液共存状態となり、約 800°C で完全に液相状態となる。これまでの報告から、融点直上の温度でのプレス加工により Si 粒子微細化が確認されており、ウェーブレット解析を実装することで、試験片の溶融が始まる 577°C 付近での加工開始点を把握することができると考えている。

半溶融加工実験装置は、高せん断速度での連続的な粘性係数を解析するために作製した落下鍛造型粘度計を流用しており、その概略図を図 5-1 に示す。この自製の装置は、試験片を設定温度まで加熱するための電気炉、試験片の上下の平行面を圧縮するための上板と下板となるコンテナ、試験を監視しデータの解析等を行う計算機で構成されている。この装置の上板上部にスライドレールを取付け、7.0 kg の重りを設置し、電磁チャックにより吊している。電気炉中コンテナ内に設置した試験片上部に、本来、落下時の運動エネルギーにより試験片を圧縮するための上板となる棒を密着させ、温度上昇下の試験片の状態をレーザ変位計を用いてサンプリング時間 1 s で計測する。得られた時間-変位データからウェーブレット解析により加工開始点が算出され、電磁チャックから切り離された重りが落下し、上板と衝突することで試験片を圧縮する構造となっている。なお、温度上昇中、試験片には上板の 0.65 kN の一定軸荷重が負荷されており、 $10^4 \text{ s}^{-1}$  程度までの高せん断速度域での圧縮加工を行うため、重りの落下高さは 40 cm とした。

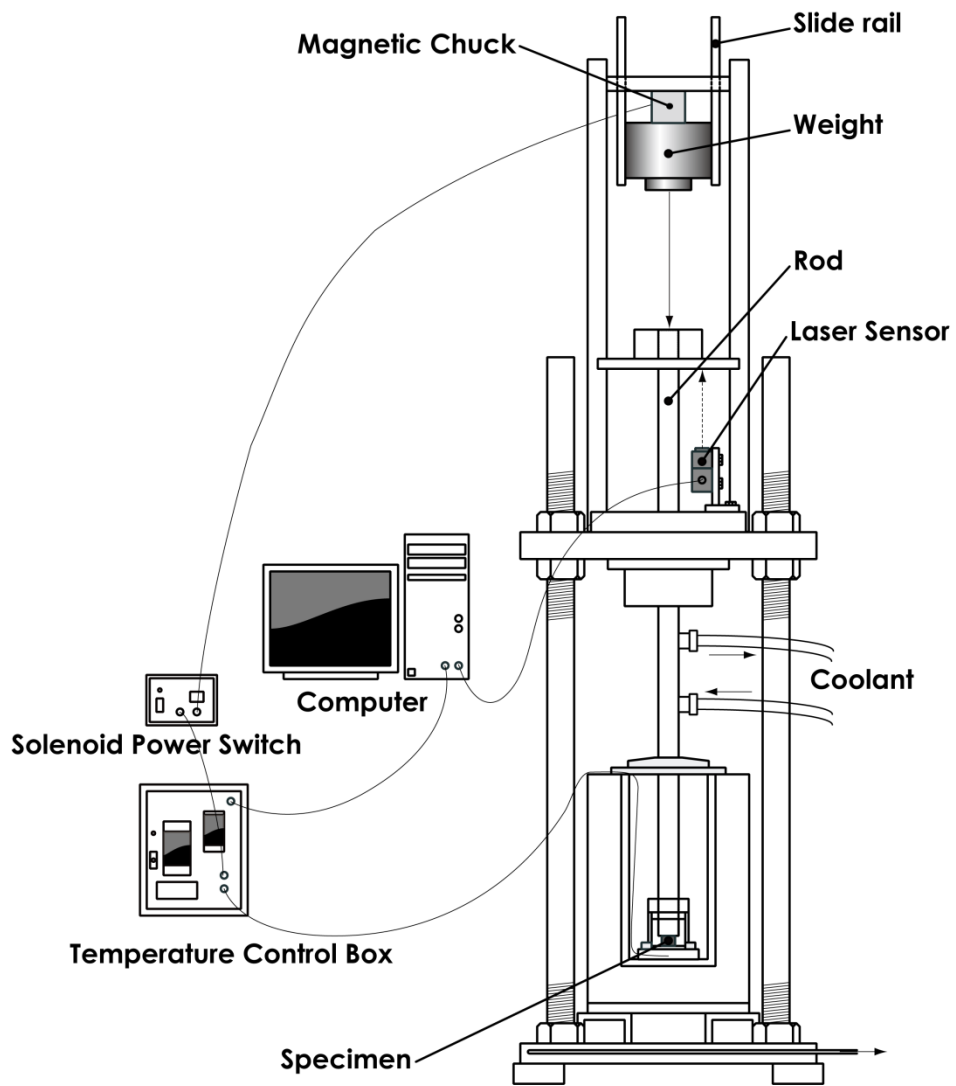


Fig. 5-1 Schematic representation of the semi-solid forming system.

### 5.2.2 ウェーブレット解析

半溶融加工装置の変位センサを通して得たデータに対して、ウェーブレット解析を実装する。ウェーブレット変換は次式により定義される。

$$d_k^{(j)} := 2^{j/2} \int_{-\infty}^{\infty} \overline{\psi(2^j x - k)} f(x) dx \quad (5-1)$$

$$(j = 0, 1, 2, \dots, k = 0, 1, 2, \dots)$$

ここで、 $f(x)$  は原信号、 $\psi$  はウェーブレット解析における基底関数であり、マザー・ウェーブレットと呼ばれる。 $j$  は解像度レベル、 $k$  はシフトパラメータである。原信号  $f(x)$  を、小区間  $I_k^{(j)} = [k/2^j, (k+1)/2^j]$ ,  $k = 0, 1, 2, \dots, 2^j - 1$  において定数  $c_k^{(j)}$  に等しいレベル  $j$  の階段関数：

$$f_j(x)|_{I_k^{(j)}} = c_k^{(j)} \quad (5-2)$$

によって近似すると、

$$c_k^{(j)} = 2^j \int_{k/2^j}^{(k+1)/2^j} f(x) dx \quad (5-3)$$

となる。本研究では、信号の不連続点の検出に多く用いられる Haar のウェーブレット：

$$\psi_H(\tau) = \begin{cases} 1, & 0 \leq \tau < \frac{1}{2} \\ -1, & \frac{1}{2} \leq \tau < 1 \\ 0, & \text{otherwise} \end{cases} \quad (5-4)$$

を使用し、レベル  $j$  およびレベル  $j+1$  の階段関数の差を  $g_j$  とすると、

$$g_j = \sum_k d_k^{(j)} \psi_H(2^j x - k) \quad (5-5)$$

$$d_k^{(j)} = \frac{1}{2} (c_{2k}^{(j+1)} - c_{2k+1}^{(j+1)}) \quad (5-6)$$

となる。 $g_j$  はレベル  $j$  におけるウェーブレット係数を表す時間の関数である。

## 5.3 ウェーブレット解析の実装

### 5.3.1 半溶融加工開始点の検出

熱電対とレーザ変位計で測定する一定圧縮荷重負荷における温度－変位（ひずみ）－時間関係に対し、式（5-1）のウェーブレット解析を適用する．試験片の温度はコンテナ内に設置した熱電対によって計測され、限界感度法<sup>9)</sup>により制御パラメータを調整したPID制御器を用いて電気炉を制御している．比例、積分、微分ゲインのパラメータは、12時間で700℃上昇するよう調整し、その中で試験片の溶融開始と推定される500℃～700℃で温度勾配が一定となるよう設計されている．また測定する変位は、試験片の温度を室温から700℃まで上昇させたときの一定荷重を負荷した状態で生じる鉛直方向変位成分であり、これを熱ひずみとみなす．このように行った温度制御予備実験の結果として、試験片温度および圧縮変位と時間の関係を図5-2に示す．

計測する変位（熱ひずみ）は装置上部に設置したレーザ変位計と上板上部に設置した円板との距離であり、図5-2(a)における実験開始後の変位上昇は上板自体の鉛直方向の熱膨張の影響を表している．その後、 $3.42 \times 10^4$  s付近から変位は減少に転じ、供試材の溶解温度付近で試験片は大きく変形するため、変位が急速に減少する．また、図5-2(b)は、試験片の圧縮変位の状態変化を確認するため、計測した圧縮変位データから上板自体の熱膨張の影響を除いたものである．時間における変位変化の期間は、図5-2(a)と一致するが、変位が急速に減少する期間が終わる $3.5 \times 10^4$  s付近以降では、残存するAlリッチ相が徐々に軟化するので、なだらかに変位が減少している．なお、解析に使用する変位データは、図5-2(a)のレーザ変位計で直接計測した値を用いている．計測した熱ひずみに対してHaarのウェーブレットを用いた解析結果を図5-3に示す．図5-3は上から逐次計算により求まる $g_j, j = 1, 2, \dots, 5$ の結果である．実験開始後、 $3.42 \times 10^4$  s付近よりウェーブレット係数の値が変化し始め、試験片の溶融による変位曲線の変化を適確に検出している．

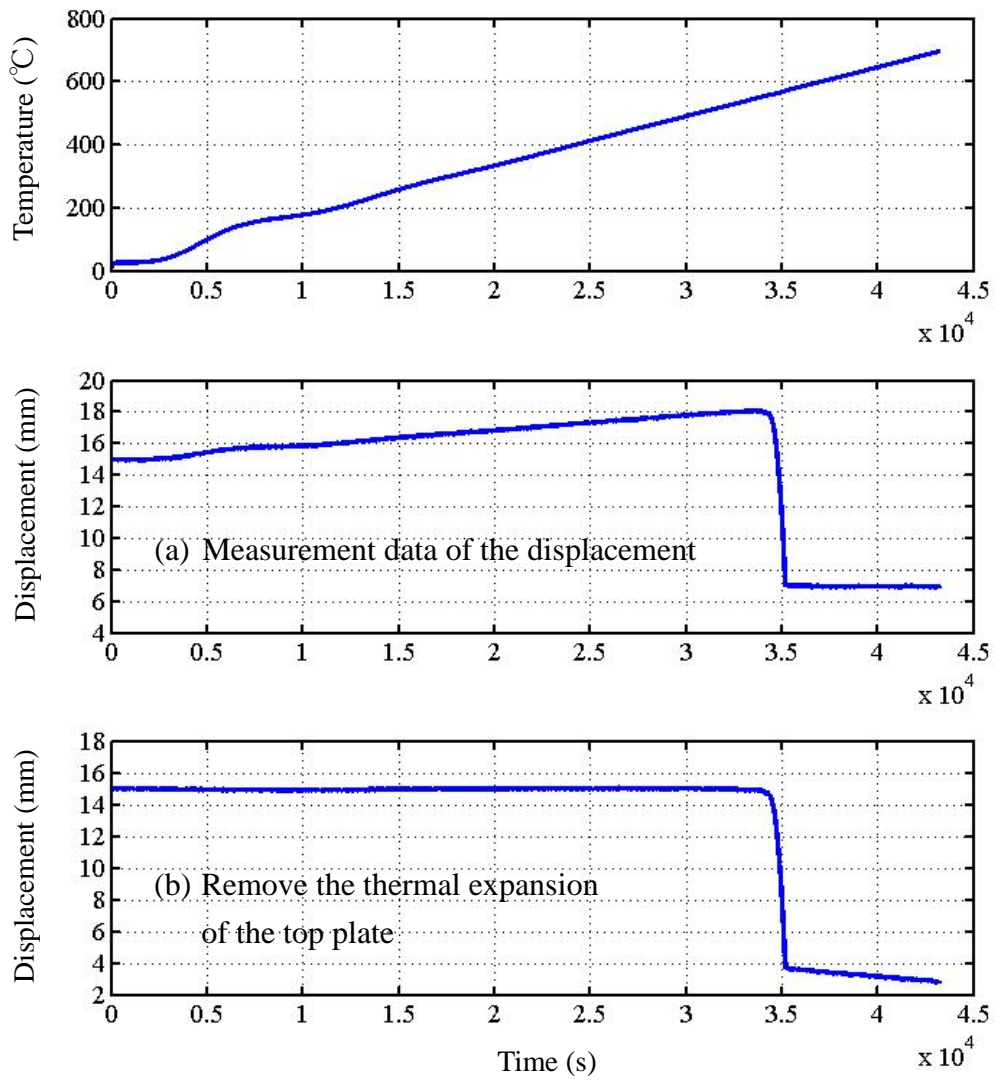


Fig. 5-2 Result of temperature and displacement.

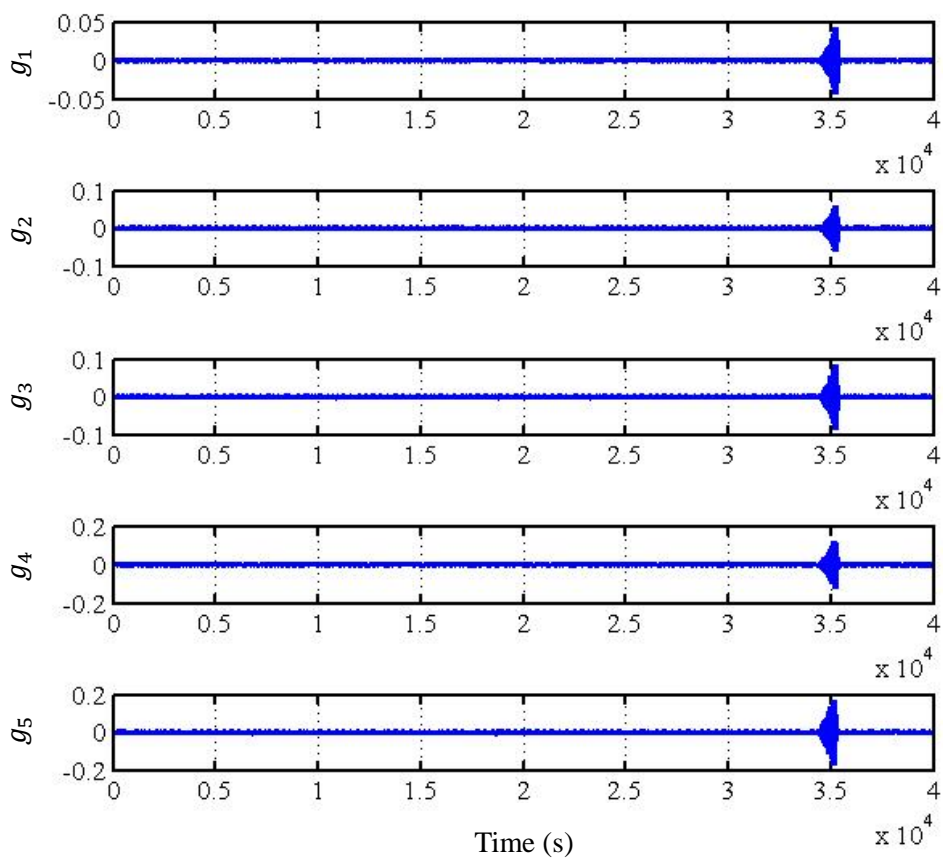


Fig. 5-3 Result of the wavelet analysis (Haar).

### 5.3.2 閾値の決定

本研究で解析する信号は、金属材料の温度上昇に伴う変位挙動である。ウェーブレット解析においては、バニシング・モーメントに対応する信号の成分が検出されることが知られており、Haarのウェーブレットを用いた図5-3はひずみ速度に対応する信号成分を検出していると考えられる。熱-ひずみの関係における変曲点を調べるためには、図5-2の信号に対し、1次のバニシング・モーメントを0とするウェーブレットを用いる必要がある。それゆえ、モーメントの条件<sup>(10)</sup>は、

$$\int_{-\infty}^{\infty} x\psi(x)dx = 0 \quad (5-7)$$

を満たすことが知られているDaubechiesのウェーブレット<sup>(11)</sup>を用いて変位曲線の解析を行う。Daubechiesのウェーブレットは、 $N = 2, 3, \dots$ によって番号付けられており、ここでは最小のサポートをもつ $N = 2$ のウェーブレットを用い、そのグラフを図5-4に示す。図5-5にDaubechiesのウェーブレット関数を用いた変位データの解析結果を示す。このグラフより、時刻 $3.485 \times 10^4$  s付近から変位曲線が大きく変化しており、この辺りが半溶融開始点であると推測される。Daubechiesのウェーブレットを実機に実装することも考えられるが、本研究では実装の容易さからHaarによるレベル5のウェーブレット解析を実装する。したがって、得られた係数 $g_5$ のうち、時刻 $3.485 \times 10^4$  sに対応する値を $g_5^+$ とすると、閾値 $\nu$ は次のように定義できる。

$$\nu := |g_5^+| \quad (5-8)$$

得られる時系列の $g_5$ の現時刻に対応する最後の値を $g_5^*$ とし、同時刻のウェーブレット係数として取り扱う。半溶融状態の指標としたHaarのウェーブレットによって得られる係数 $g_5^*$ が次の条件

$$|g_5^*| \geq \nu \quad (5-9)$$

を満足するときに加工に適切な条件に対応すると考える。そこで本実験では、半



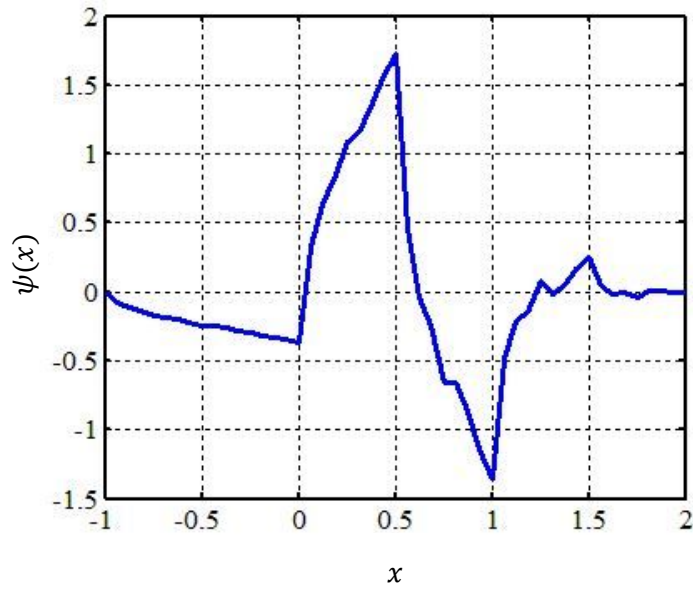


Fig. 5-4 Daubechies wavelet (N=2).

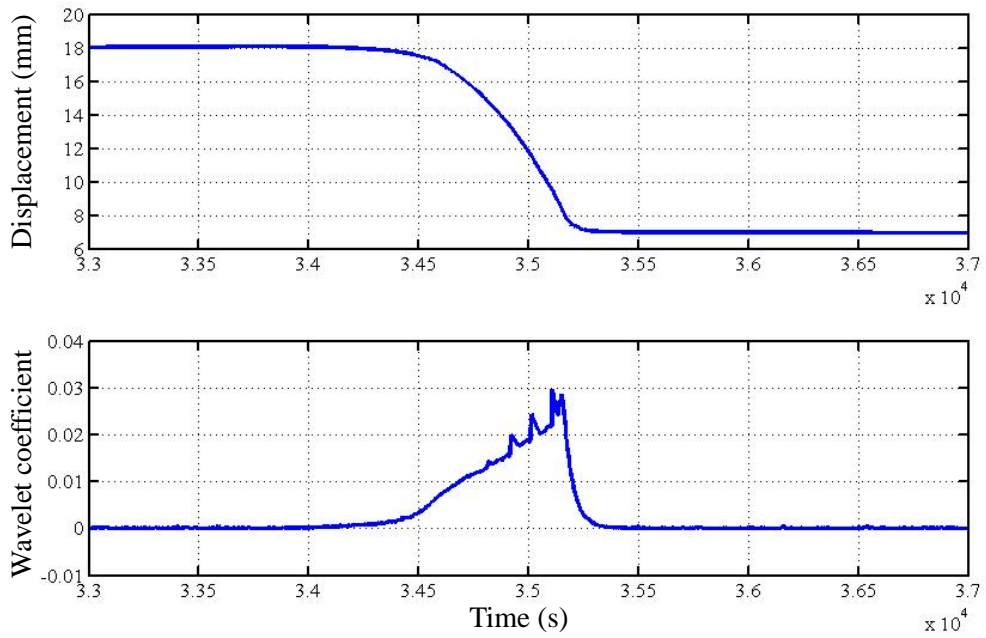


Fig. 5-5 Result of the wavelet analysis (Daubechies).

溶融状態の判別に用いた値は、Daubechies のウェーブレットと Al-Si 二元状態図を参考にして求めた値を閾値として設定した。

### 5.3.3 半溶融加工実験

本研究で行った半溶融加工は、予め Al-Si 合金の加工温度を指定して行うものではなく、設定した閾値  $v$  によって加工開始温度を与えるものである。すなわち、オンラインで実施するウェーブレット解析によって得られる  $|g_5^*|$  値を加工開始点の条件とするもので、式 (5-9) の関係が加工条件の指標となる。この条件を満足したとき、上板上部に設置した重りが電磁チャックから切り離され落下し、試験片を圧縮加工する。

本研究の半溶融加工プロセスをまとめると以下のように要約できる。

- (1) 予備実験により閾値  $v$  を設定する。
- (2) 試験片の温度をランプ状に上昇させる。
- (3) サンプル時間毎 (50 s) に変位データから  $g_5^*$  を求める。
- (4) 条件式 (5-9) を満足するとき、重りの落下による圧縮負荷を加える。
- (5) 除荷後、炉内にて強制空冷し、室温まで冷却し、金型から試験片を取り出す。

ここで、手順 (2) の温度勾配は手順 (1) の予備実験と同条件の必要があり、異なる温度勾配のときには、対応する予備実験を改めて行わなければならない。さらに、手順 (4) で実行される負荷は適切な時間条件下で駆動できる設定となっている。

## 5.4 実験結果と考察

### 5.4.1 半熔融加工後の試験片の様相

前節で求めた閾値を最適加工条件とし、その比較のため、加工前の試験片とウェーブレット係数の閾値  $v$  を不適切な設定に変更した場合で半熔融加工した Al-Si 合金の外観と断面組織写真を図 5-6、その断面組織写真の一部を拡大した組織写真を図 5-7 に示す。断面組織写真において灰色の部分が Al リッチの共晶組成組織、黒色の組織が初晶の Si 粒子である。図 5-6(a) は加工前の Al-25 mass% Si 合金試験片の写真であり、針状もしくは棒状の組織が確認できる。図 5-6(b) は最適条件で加工した組織であり、提案した半熔融加工により巨視的に微細化していることが確認できる。また、高せん断速度での圧縮加工に伴い、試験片上部に粒子が密集しており、下部と比較して粒子がさらに微細化していることがわかる。また図 5-6(c), (d) はウェーブレット係数の閾値  $v$  を変更した結果であり、(c) は閾値を小さくし、(d) は逆に大きくした不適切な設定例の組織写真である。(c) で設定した閾値は半熔融開始前と推測でき、試験片全体が均一に融点近辺の温度に達していないため、試験片上部のみ変形した様相となっている。その組織は圧縮加工によって変形した部分で一部微細化しているが、下部にいくにつれ針状または棒状の組織が現れ、加工前の粒子形状と同様である。(d) は半熔融開始点を大きく過ぎた結果の写真である。(b) と比べ試験片上部では粘性抵抗の低下と大きなせん断速度による瞬間的な圧縮の影響のため微細化した Si 粒子が密集した様相となっているが、棒状または多角形塊状の大きな粒子も確認できる。粗大な Si 粒子の微細化は、半熔融もしくは完全に溶融している共晶組成の Al リッチ相が流動し、その運動に伴うせん断ないしは摩滅作用、さらには圧縮に伴う圧壊によるものである。しかし、(d) においては温度上昇に伴う粘性の低下によって、Al リッチ相の流動が大きくなることから、その流れとともに Si 粒子も流動するか、または Al リッチ相が容易に Si 粒子間を通過する。そのため、適切な粘性下での流動に伴うせん断や摩滅作用の効果を妨げてしまう。その結果、試験片中間部以下

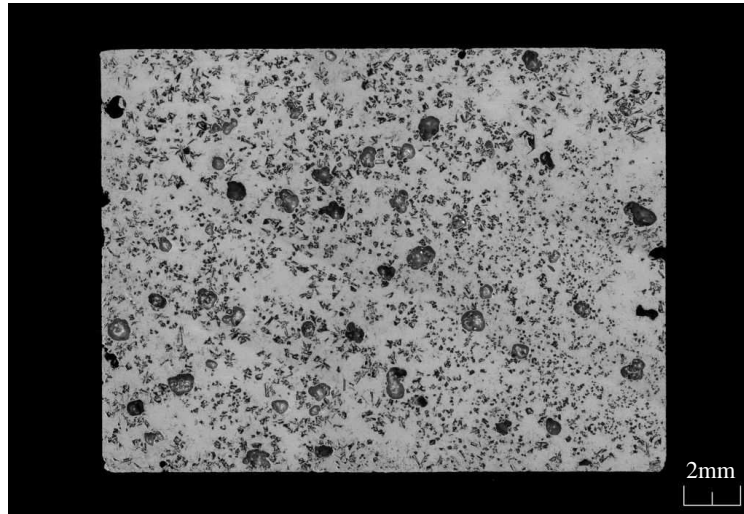
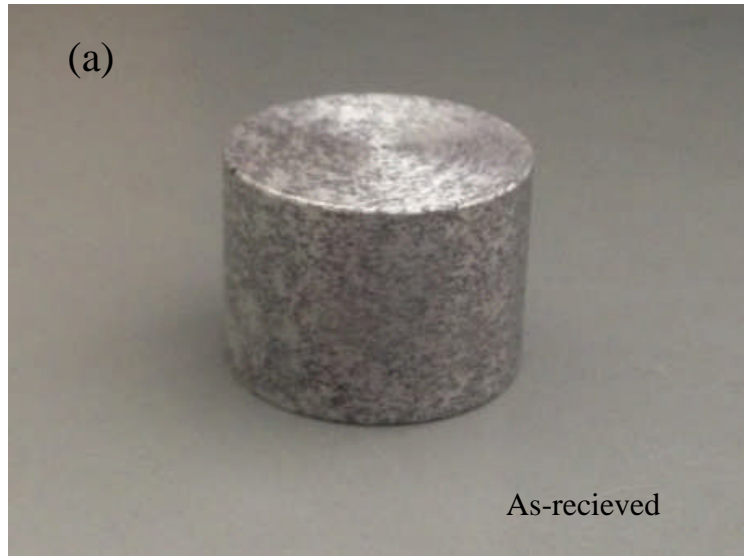


Fig. 5-6 (a) Photographs and micrographs showing the profile of the Al-Si alloy after forming.

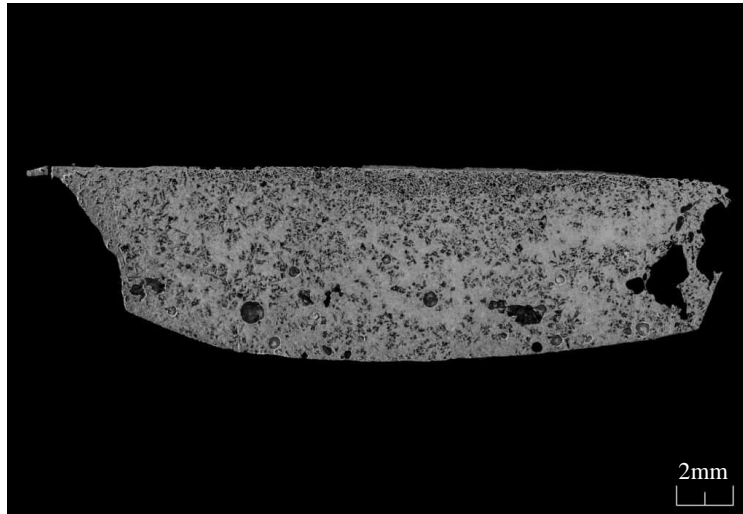
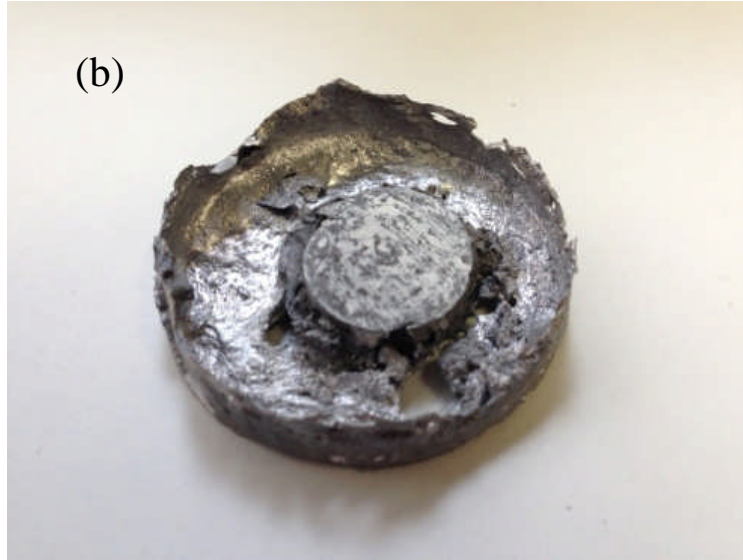


Fig. 5-6 (b) Photographs and micrographs showing the profile of the Al-Si alloy after forming.

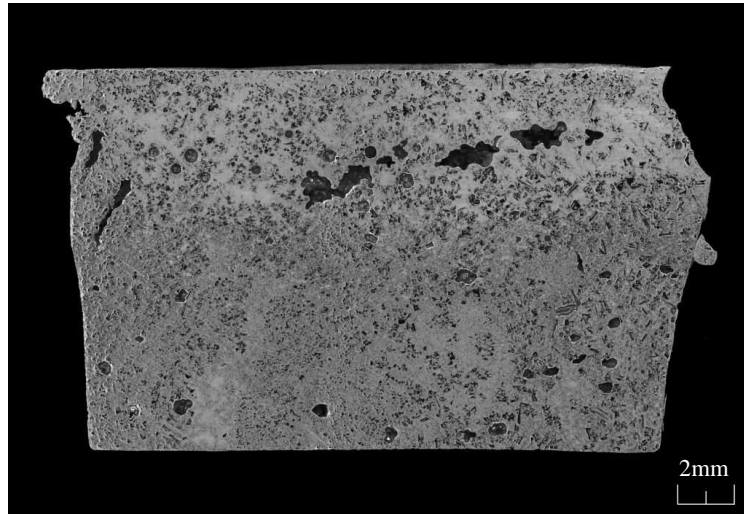
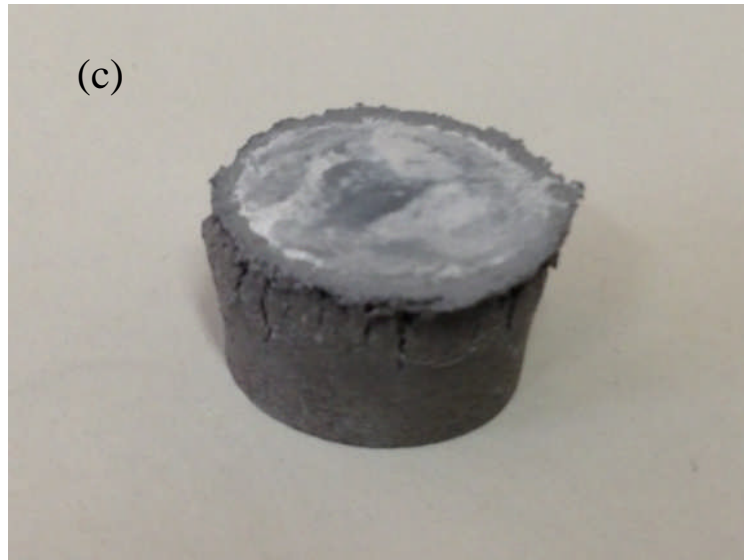


Fig. 5-6 (c) Photographs and micrographs showing the profile of the Al-Si alloy after forming.

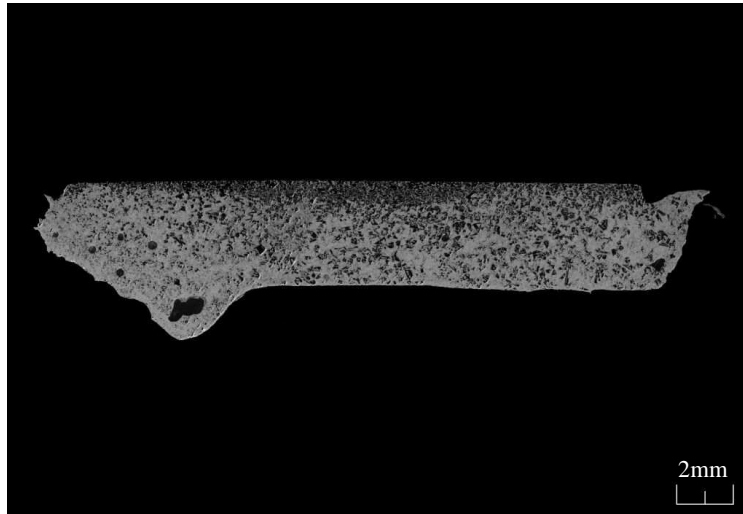
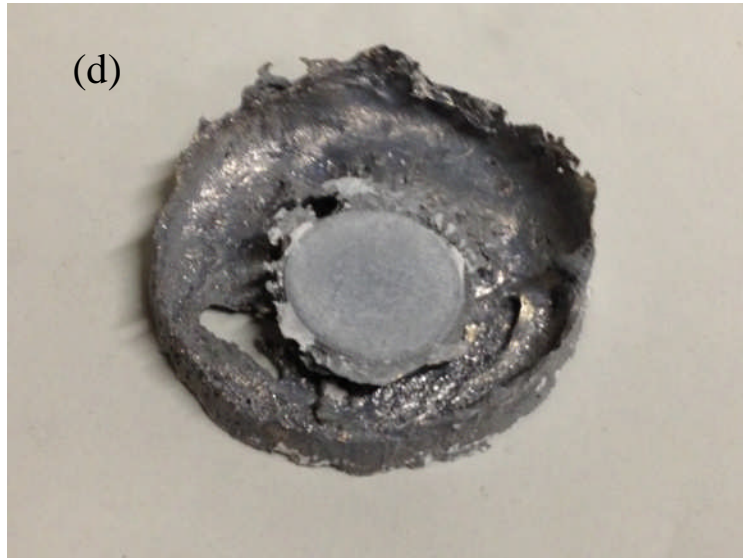
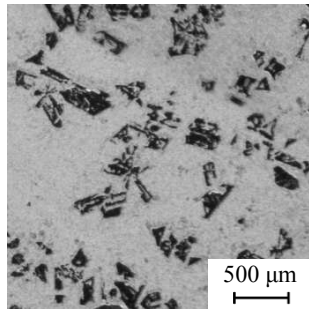
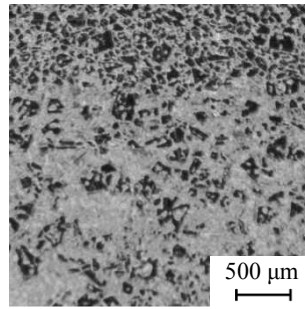


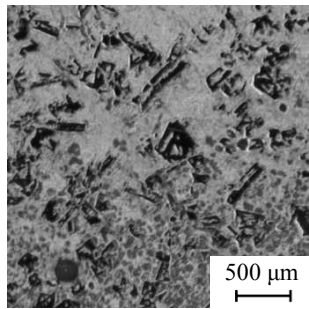
Fig. 5-6 (d) Photographs and micrographs showing the profile of the Al-Si alloy after forming.



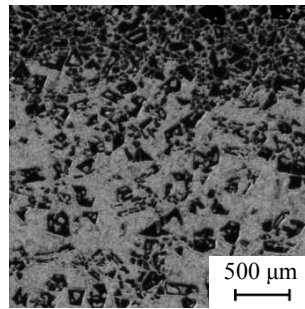
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 5-7 Microstructures showing in the cross section of specimen after forming.



で観察される粗大な粒子が残存し、一様な微細化には至らなかったと考えられる。

#### 5.4.2 Si 粒子微細化の評価

ウェーブレット解析で設定した半熔融開始点における微細化の効果を評価するため、断面組織写真の画像解析を行い、各試験片の閾値における Si 粒子径を調べた。図 5-6 で確認した断面組織では試験片高さ方向で Si 粒子の分布の様相が異なるため、画像を 1 mm 間隔で分割し、その領域内の平均粒子径を評価した。画像解析によって求めた試験片高さ分布における平均粒子径の関係を図 5-8 に示す。組織写真と比較すると試験片高さ方向での Si 粒子の分布が、試験片上部に微細な Si 粒子が密集し、下部にいくにつれ粗大になる傾向は相対的に同様となっていることが確認できる。図 5-8 において、本実験で決定した(b) の閾値が最も Si 粒子径が小さくなることが認められ、加工前の試験片とでは 30%程度 Si 粒子径が減少している。その他の閾値においても、大きなせん断速度と粘性抵抗低下による Al リッチ相と Si 粒子の流動に伴い、Si 粒子が微細化されている。しかし、(c) は試験片高さ方向分布における粒子径のバラツキが小さく、一見、均一に微細化しているようであるが、前節で述べたように断面組織写真で確認する限り一様に微細化しているとは認められない。また、(d) においては、粘性抵抗の減少に伴い圧縮変位が増加し、それとともに大きなせん断速度の増加によって微細化された Si 粒子が試験片上部に密集している様相がこのグラフから確認できる。半熔融状態の粒子微細化に必要な条件として、粘性流動抵抗と塑性流動抵抗との均衡が重要となる。温度上昇に伴い粘性流動抵抗 > 塑性流動抵抗となることで、粘塑性流動抵抗のバランスが崩れ、熔融した Al リッチ相が容易に Si 粒子間を通過するため、中間付近以下では微細化されないとの見解は、巨視的な組織写真観察との傾向と一致している。これらのことから、本実験で最適条件とした閾値は、Si 粒子の微細化をもたらすのに適した半熔融開始点はその閾値近辺であることを意味しており、これまで半熔融加工実験で使われてきた温度や圧縮ひずみといったパ

ラメータの不確かさを取り除き、適切に半熔融開始点を捕らえることを可能としている。また、ウェーブレット解析を用いた半熔融開始点の把握により、半熔融状態における粘性流動抵抗と塑性流動抵抗とのせめぎ合いを生じる状態変化点を容易に予測できるため、Si 粒子微細化に寄与することが期待できる。

本実験では、従来の温度条件に依存する半熔融加工法とは異なり、試験片の熱ひずみの関係から、一定荷重負荷状況下の試験片変位を監視し、得られた変位-時間データからウェーブレット解析を行い、決定した閾値による Si 粒子微細化の効果を検討した。なお、条件とする閾値の導出には Daubechies のマザーウェーブレットからモーメント条件を考慮しているが、実装の容易さから Haar のウェーブレットを用いて、ひずみ速度に対応する変曲点から半熔融状態を検出している。ウェーブレット解析の半熔融加工試験機への実装により、加工開始点を決定し、そして加工後の Si 粒子微細化の状態を評価することで、良好な結果を得られた。このことは、半熔融加工にウェーブレット解析の適用が可能であり、一つの指標となると考えられる。

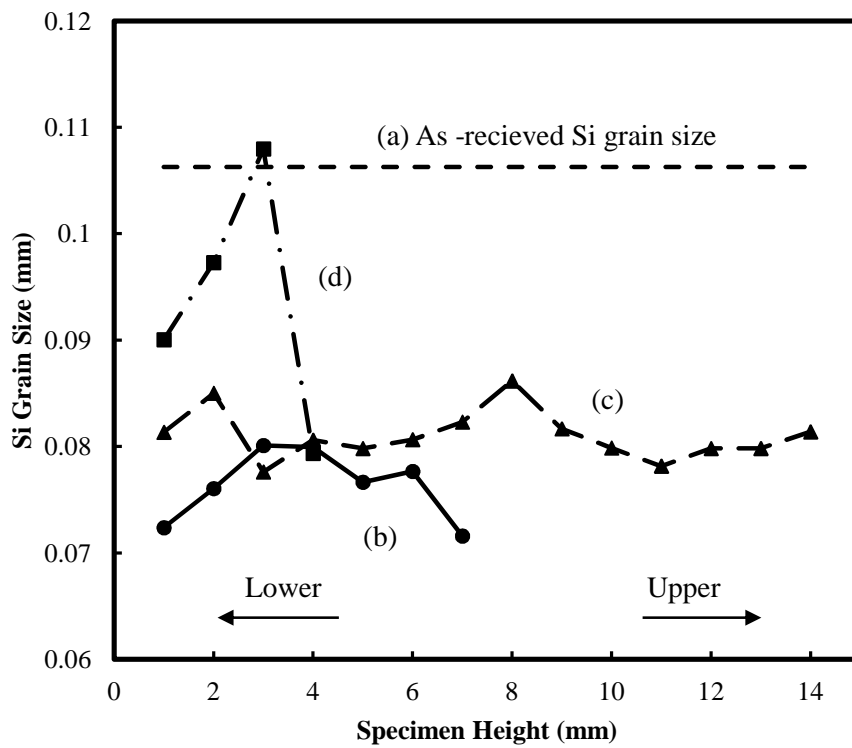


Fig. 5-8 Variation of average Si grain size as a function of specimen height.

## 5.5 まとめ

本研究では、過共晶 Al-25 mass% Si 合金円柱試験片を供試材とし、ウェーブレット解析を実装した半溶融加工試験において、半溶融開始点の把握とそれに伴う Si 粒子微細化に及ぼす効果について検討を行い、以下の結論を得た。

1. Haar のウェーブレット解析で得られたウェーブレット係数を用いて半溶融状態を検出し、加工開始点を決定することで、温度条件に依存しない半溶融加工に適用できるため、一つの指標となることを示した。
2. ウェーブレット解析により最適条件として決定した閾値近辺が、半溶融状態の開始点であることが認められる。
3. 最適条件として扱った閾値で圧縮加工した結果が、最も Si 粒子微細化の様相が観察され、ウェーブレット解析を用いた半溶融加工の有効性を示した。

## 参 考 文 献

- (1) G. Strang and T. Nguyen, “*Wavelets and Filter banks*”, Wellesley-Cambridge Press (1996), 389.
- (2) D.L. Donoho, *IEEE Trans. Inform. Theory*, 41-3 (1995), 613-627.
- (3) O. Rioul and M. Vetterli, *IEEE Sig. Proc. Magazine*, 8-4 (1991), 14-38.
- (4) 中野和司, 豊田幸裕, “ウェーブレット解析に基づくむだ時間系同定とそのボイラへの応用”, 計測と制御, 計測と制御, vol.39, No.11(2000), pp701-705.
- (5) 笠島永吉, 森和夫, Gilberto HERRERA RUIZ, “離散ウェーブレット変換によるフライス加工時の工具欠損検知”, 日本機械学会論文集 C 偏, vol.61, No.583(1995), pp1204-1210.
- (6) 倪慶清, ウェーブレット変換を用いた複合材料の微視的破壊特性の評価”, 計測と制御, vol.39, No.11(2000), pp.718-721.
- (7) 熊澤典良, 福井泰好, 江崎亮祐, 牧和弘, 岡田裕, “ウェーブレット解析による Al-Al3Ni FGM 半溶融加工温度条件制御”, 日本機械学会論文集 C 編, vol.69, No.681(2003), pp.1295-1300.
- (8) Massalski T. B. ed. (1996), *Binary Alloy Phase Diagrams*, Second Edition Plus Updates on CD-ROM Version 1.0, ASM International.
- (9) J.G. Ziegler and N.B. Nichols, *Trans. ASME*, 64(1942), pp.759 -768.
- (10) G.G. Walter, “*Wavelets and Other Orthogonal Systems With Applications*”, CRC Press(1994), 32.
- (11) 榊原進, “ウェーブレットビギナーズガイド”, (1995), 東京電機大学出版局.

## 第 6 章 結 論

## 第 6 章 結 論

本論文は、過共晶 Al-Si 合金の優れた機械的特性に着目し、Si 粒子分散による被削性の悪化やじん性の低下といった欠点の克服のため、遠心力法による Al-Si FGM 及び Al-Si 複合材料を用いた半熔融加工試験を行い、要素・構造用材料としての実用化を目指したものである。第二相粒子微細化による優れた機械的性質の獲得が期待できる半熔融加工において、その最適加工条件を検討するために把握すべき基礎的なパラメータの測定・解析を行った。本論文の内容を要約すると次の通りである。

第 1 章は「緒論」であり、過共晶 Al-Si 合金の実用化に関連して行われてきた研究の経過と、本論文の位置付け、目的および、研究の概要について述べた。

第 2 章は「Al-Si 傾斜機能材料の作製と組織」であり、過共晶 Al-25 mass% Si 合金を用いて真空遠心力法により Al-Si FGM を作製し、作製した FGM 厚肉円筒管の組織観察を行い、組成傾斜の様相を把握するとともに、組織の体積分率を算出し、作製前の予測との比較検討を行い、以下の結論を得た。

1. 遠心力法で作製した Al-Si FGM 厚肉円筒管は、半径方向に傾斜した様相となっており、Si 粒子の多くは長い棒状の晶出物となっている。
2. FGM 厚肉円筒管における Si 粒子長さ平均値は 1.25 mm であり、Si 粒子の多くは管の外周面から約 6 mm までの部分に存在し、それから 5 mm の内周部には存在しないが、内周面から約 1 mm の部分にも少し認められる。
3. 遠心力法で作製する Al-Si FGM 厚肉円筒管においては、過共晶 Al-Si 溶湯の密度が液体 Si 相より小さいため、固体 Al より密度の小さい Si が主として管外周部に晶出する。

第 3 章は「後方押し出し法における FGM の加工特性」であり、真空遠心力法で作製した Al-Si FGM を母材として後方押し出し半熔融加工試験を行い、一定圧縮速度での半熔融加工による Si 粒子微細化の要件について検討を行い、以下の結論を

得た.

1. Al-Si 共晶融点以上の 580, 590, 600 °Cいずれの試験温度でも後方押し加工で所定の FGM カップを成形できたが, 明りょうに Si 粒子の微細化を観察できるのは 580, 590 °Cの結果であり, 600 °Cでの結果は相対的に微細化の様相が明りょうではない.
2. クロスヘッド速度一定の後方押し加工において, 580 °Cの試験では圧縮速度が大きいほど Si 粒子は微細化するが, 590 °Cの試験では圧縮速度の増加と Si 粒子微細化との間に単純な相関関係は認められない.
3. 半熔融加工における Al-Si FGM 中の Si 粒子微細化には, 塑性流動と粘性流動の複合効果が考えられ, Al-Si 共晶組成融点直上の 580 °C付近での加工が要素材料としての実用化に適した条件であると思われる.

第4章は「落下鍛造型試験機による半熔融過共晶 Al-Si 合金の粘性測定」であり, 半熔融加工による粗大で硬い Si 粒子を含む過共晶 Al-Si 合金実用化の可能性についての検討のため, Al-25 mass% Si 合金円柱試験片を用いて, 落下鍛造型粘度計で半熔融加工が行われる高せん断速度域での粘性係数等を解析し, 以下の結論を得た.

1. すべての試験片は, 内部から溶湯が染み出たような半熔融状態での変形様相で, 温度の上昇, 圧縮質量の増加に伴い圧縮変位が増し, 固体に近い流動条件から液体に近い流動条件での試験結果と認められる.
2. 粘性係数は数百 Pa·s~数百 kPa·s の範囲, せん断速度は十 s<sup>-1</sup>~数千 s<sup>-1</sup> の範囲という測定結果で, 試験温度の上昇および圧縮質量の増加につれて粘性係数は減少し, せん断速度は増加する.
3. 粘性係数  $\mu$  [Pa·s] の低下に伴いせん断速度  $\dot{\gamma}$  [s<sup>-1</sup>] が上昇する関係は,  $\mu = 1.78 \times 10^7 \dot{\gamma}^{-1.5}$  と表示でき, 半熔融加工の最適条件を温度や負荷条件で単純に評価することはできない.
4. 変形時間 vs 粘性係数の関係は, 試験片変形の実効時間は粘性係数が約 30 kPa·



s になるまで数 ms から 5 ms まで増加し、それ以上の粘性係数では減少する凸型形状の曲線分布となる。

5. 変形実効時間の凸型曲線分布は、主たる半熔融加工成形過程の塑性加工と鑄造間での遷移を示し、遷移点での粘性係数 30 kPa・s が供試材における半熔融加工の最適条件と思われる。

第 5 章は「ウェーブレット解析による半熔融加工条件の最適化」であり、過共晶 Al-25 mass% Si 合金円柱試験片を供試材とし、ウェーブレット解析を実装した半熔融加工試験において、半熔融開始点の把握とそれに伴う Si 粒子微細化に及ぼす効果について検討を行い、以下の結論を得た。

1. Haar のウェーブレット解析で得られたウェーブレット係数を用いて半熔融状態を検出し、加工開始点を決定することで、温度条件に依存しない半熔融加工に適用できるため、一つの指標となることを示した。
2. ウェーブレット解析により最適条件として決定した閾値近辺が、半熔融状態の開始点であることが認められる。
3. 最適条件として扱った閾値で圧縮加工した結果が、最も Si 粒子微細化の様相が観察され、ウェーブレット解析を用いた半熔融加工の有効性を示した。

以上の結果より、Al-25 mass% Si 合金を用いた Al-Si FGM 及び Al-Si 複合材料の半熔融加工試験を行い、半熔融加工を適用するにあたり必要な各種パラメータを測定・解析し、その加工特性を把握することができた。さらには、半熔融加工法によって粒子微細化に至る最適条件を検討することにより、半熔融加工の有効性を示した。このことは、これまで実用化を妨げていた諸問題に対し、解決に導くための多くのノウハウを提示することができたし、過共晶 Al-Si 合金の要素・構造用材料としての用途を広げ、実用化に向けた可能性を明らかにすることができたといえる。

## 謝 辞

本研究全体にわたり、多くの重要なお教示、ご助言を賜るとともに、終始ご懇切なるご指導を賜りました鹿児島大学大学院理工学研究科 福井泰好教授に深甚なる敬意と感謝の意を表します。

本論文の内容に関して、多くの有益なお教授を賜りました鹿児島大学大学院理工学研究科 近藤英二教授，熊澤典良准教授，上谷俊平准教授に心より感謝しお礼申し上げます。

また、博士後期課程へ社会人入学するに際して、鹿児島大学大学院理工学研究科技術部の皆様には、多大なるご配慮とご支援を頂き、深く感謝申し上げます。

さらに、本研究の遂行にあたり、多くのご協力を頂きました鹿児島大学大学院理工学研究科 福井研究室，熊澤研究室の学生の皆様には、研究活動や学生生活において公私にわたりお付き合い頂きました。心より感謝するとともに、今後のご活躍を祈念致します。

最後に、博士後期課程への進学にあたり、あたたかく見守り、応援してくれた母と義父母，そして、いつも心の支えとなり、明るく励ましてくれた妻と子供たちに心より感謝致します。