

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2015-71189

(P2015-71189A)

(43) 公開日 平成27年4月16日(2015.4.16)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
B 2 2 D 27/20 (2006.01)	B 2 2 D 27/20	B 4 K 0 1 8
C 2 2 C 21/00 (2006.01)	C 2 2 C 21/00	N
B 2 2 F 3/105 (2006.01)	B 2 2 F 3/105	
C 2 2 C 1/04 (2006.01)	C 2 2 C 1/04	C

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2014-153765 (P2014-153765)	(71) 出願人 304021277 国立大学法人 名古屋工業大学 愛知県名古屋市昭和区御器所町字木市29番
(22) 出願日 平成26年7月29日 (2014.7.29)	
(31) 優先権主張番号 特願2013-183743 (P2013-183743)	(72) 発明者 渡辺 義見 愛知県名古屋市昭和区御器所町字木市29番 国立大学法人名古屋工業大学内
(32) 優先日 平成25年9月5日 (2013.9.5)	(72) 発明者 佐藤 尚 愛知県名古屋市昭和区御器所町字木市29番 国立大学法人名古屋工業大学内
(33) 優先権主張国 日本国 (JP)	(72) 発明者 山田 素子 愛知県名古屋市昭和区御器所町字木市29番 国立大学法人名古屋工業大学内
	Fターム(参考) 4K018 AA15 BA03 BA08 BB04 BC12 EA22 KA30

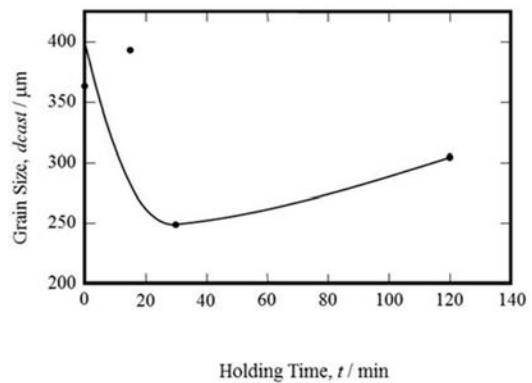
(54) 【発明の名称】 Al 粒子と Ti 粒子を用いた鋳造 Al 用結晶粒微細化剤および当該微細化剤を用いた鋳造材の製造方法

(57) 【要約】

【課題】簡便かつ低コストで、結晶粒微細化効果の大きい、鋳造 Al 用あるいは鋳造 Al 合金用結晶粒微細化剤および当該微細化剤を用いた鋳造材の製造方法を提供することである。

【解決手段】 Al 粉末もしくは Al 合金粉末と Ti 粉末とを焼結して得られる Al 用もしくは Al 合金用の結晶粒微細化剤。前記 Al 用もしくは Al 合金用の結晶粒微細化剤を溶解中の Al もしくは Al 合金に投入し、攪拌後に鋳込みを行う、 Al 鋳造材もしくは Al 合金鋳造材の製造方法。

【選択図】 図 8



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

A l 粉末もしくは A l 合金粉末と T i 粉末とを焼結して得られる A l 用もしくは A l 合金用の結晶粒微細化剤。

【請求項 2】

前記 A l 粉末と T i 粉末との体積比が 8 0 ~ 9 5 : 2 0 ~ 5 である、請求項 1 に記載の A l 用もしくは A l 合金用の結晶粒微細化剤。

【請求項 3】

A l 粉末もしくは A l 合金粉末と T i 粉末との焼結がプラズマ焼結である、請求項 1 または 2 に記載の A l 用もしくは A l 合金用の結晶粒微細化剤。

【請求項 4】

請求項 1 ~ 3 に記載の A l 用もしくは A l 合金用の結晶粒微細化剤を溶解中の A l もしくは A l 合金に投入し、攪拌後に鑄込みを行う、A l 鑄造材もしくは A l 合金鑄造材の製造方法。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、A l 粒子と T i 粒子との焼結によって作製した鑄造 A l 用の結晶粒微細化剤に関するものである。

20

【背景技術】

【0002】

金属および合金の代表的な加工法の一つに鑄造法がある。鑄造法は、複雑で滑らかな形状の製品が作製可能であることや比較的大きな部材を容易に製造できる特長を有する。しかし、鑄造材は、冷却速度の影響によって粗大な柱状晶を有する場合が多く、強度向上等のために、その組織微細化が必要とされている。A l 鑄造材および A l 合金鑄造材における組織微細化方法として、A l - T i - X (X = B , C) の組成を有する結晶粒微細化剤を A l 溶湯中に添加する方法がある。このような結晶粒微細化剤には A l₃T i 粒子や T i B₂ 粒子が A l 母相中に存在しており、特に金属間化合物である D O₂ 構造を有する A l₃T i 粒子が A l 鑄造材の凝固における異質核として作用することで A l 鑄造材の結晶粒を微細化する。

30

【0003】

ところで、このような凝固過程において有効な異質核となるためには、異質核物質と鑄造材との界面エネルギーが小さいことが必要である。また、非特許文献 1 に示すように異質核物質と鑄造材の結晶格子の低指数面における原子配列の不整合度（以下の数式 1）により異質核物質の有効性が議論できる。

【0004】

【数 1】

$$\delta = (| a - a_0 | / a_0) \times 100 (\%)$$

40

ここで、a は不均質核物質の低指数面の格子定数、a₀ は鑄造材の低指数面の格子定数である。δ が小さいほど原子配列の整合性がよく、界面エネルギーが小さい。この値が 1 0 % 以下であると不均質核として有効に働く。さらに、A l₃T i 粒子と A l のような結晶系の異なる物質における不整合度を記述する方法として、非特許文献 1 では、より具体的に以下の数式 2 で算出できる平面不整合度を提案している。

【数 2】

$$\delta_{(hkl)_{Al}^{(hkl)_{Al3Ti}}} = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \left\{ \frac{|d[uvw]_{Al3Ti}^i \cos \theta - d[uvw]_{Al}^i|}{d[uvw]_{Al}^i} \right\} \times 100\%$$

50

ここで、 $(hkl)_s$ は異質核粒子の低次指数面、 $[uvw]_s$ は $(hkl)_s$ 面の低次指数方向、 $(hkl)_n$ は核生成する金属の低次指数面、 $[uvw]_n$ は $(hkl)_n$ 面の低次指数方向、 $d[uvw]_s$ は $[uvw]_s$ 方向に沿った原子間距離、 $d[uvw]_n$ は $[uvw]_n$ 方向に沿った原子間距離、 θ は $[uvw]_s$ と $[uvw]_n$ との間の角度を表している。図1に純Alのfcc構造および Al_3Ti の $D0_2_2$ 構造を示す。また、Alと Al_3Ti の低次指数面間の格子対応と、その結晶学的方位関係における平面不整合度を図2に示す。

【0005】

Al_3Ti は結晶の対称性が悪いいため、面によって平面不整合度が異なる。これらの面の中では、最小の平面不整合度は $\{112\}_{Al_3Ti}$ における2.17%であるものの、最大では $(001)_{Al_3Ti}$ における4.89%となり、この面における整合性は低い。しかしながら、従来の結晶粒微細化剤中の Al_3Ti 粒子は板面が $(001)_{Al_3Ti}$ である板形状を有し、不整合度が一番大きい面が圧倒的な割合で占有していた。市販の結晶粒微細化剤における板状 Al_3Ti 粒子のアスペクト比は0.08であり、このアスペクト比をもとに図3に示すような板状 Al_3Ti 粒子を考えた場合、その平均不整合度は4.78%となる。仮に、図4に示す球状粒子を考えた場合、平均不整合度は2.99%まで下がり、高い微細化能を有することが期待される。従来、特許文献1に示すように、結晶粒微細化剤に対して巨大ひずみ加工を施すことで Al_3Ti 粒子のアスペクトを1に近づけているが、球状 Al_3Ti 粒子を得るには至っていない。

10

【先行技術文献】

20

【特許文献】

【0006】

【特許文献1】特開2005-329459号公報

【非特許文献】

【0007】

【非特許文献1】神尾彰彦，“アルミニウム合金の凝固”，軽金属，Vol. 31，No. 2（1981）pp. 136 - 147.

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

30

本発明の課題は、上記点に鑑みて、簡便で、結晶粒微細化効果の大きい、鋳造Alあるいは鋳造Al合金用結晶粒微細化剤および当該微細化剤を用いた鋳造材の製造方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明者らは、単にAl粒子とTi粒子と焼結した複合粒子を結晶粒微細化剤とすることで、上記課題を解決しようすることを見出した。すなわち、本発明によれば、以下の結晶粒微細化剤および当該結晶粒微細化剤を用いた鋳造材の製造方法が提供される。

【0010】

[1] Al粉末もしくはAl合金粉末とTi粉末とを焼結して得られるAl用もしくはAl合金用の結晶粒微細化剤。

40

【0011】

[2] 前記Al粉末とTi粉末との体積比が80~95:20~5である、前記[1]に記載のAl用もしくはAl合金用の結晶粒微細化剤。

【0012】

[3] Al粉末もしくはAl合金粉末とTi粉末との焼結がプラズマ焼結である、前記[1]または[2]に記載のAl用もしくはAl合金用の結晶粒微細化剤。

【0013】

[4] 前記[1]~[3]に記載のAl用もしくはAl合金用の結晶粒微細化剤を溶解中のAlもしくはAl合金に投入し、攪拌後に鋳込みを行う、Al鋳造材もしくはAl合金

50

鑄造材の製造方法。

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図1】純Alのfcc構造および Al_3Ti の DO_{22} 構造を示す模式図である。

【図2】Alと Al_3Ti の低次指数面間の格子対応と、その結晶学的方位関係における平面不整合度を示す模式図である。

【図3】市販の結晶粒微細化剤における板状 Al_3Ti の形状を示す模式図である。

【図4】球状 Al_3Ti 粒子の模式図である。

【図5】Al-10vol%Ti結晶粒微細化剤の組織を示す電子顕微鏡写真である。

【図6】Al-10vol%Ti結晶粒微細化剤のX線回折ピークである。

【図7】(a)結晶粒微細化剤を添加せずに作製したAl鑄造材の顕微鏡写真である。(b)アルミニウム粒子のみを焼結した材料を添加したAl鑄造材の光学顕微鏡写真である。(c)保持時間0分の条件で鑄造したAl-10vol%Ti結晶粒微細化剤を添加したAl鑄造材の顕微鏡写真である。(d)保持時間15分の条件で鑄造したAl-10vol%Ti結晶粒微細化剤を添加したAl鑄造材の顕微鏡写真である。(e)保持時間30分の条件で鑄造したAl-10vol%Ti結晶粒微細化剤を添加したAl鑄造材の顕微鏡写真である。(f)保持時間120分の条件で鑄造したAl-10vol%Ti結晶粒微細化剤を添加したAl鑄造材の顕微鏡写真である。

【図8】Al-10vol%Ti結晶粒微細化剤を用いたAl鑄造材の平均結晶粒径と保持時間の関係を示す図面である。

【図9】600で24時間時効したAl-10vol%Ti結晶粒微細化剤の組織を示す電子顕微鏡写真である。

【発明を実施するための形態】

【0015】

以下、図面を参照しつつ本発明の実施の形態について説明する。本発明は、以下の実施形態に限定されるものではなく、発明の範囲を逸脱しない限りにおいて、変更、修正、改良を加え得るものである。

【0016】

Al粒子と粒状Ti粒子とを焼結することにより、本来Alとは平衡に存在できない粒状Ti粒子が分散したAl-Ti複合結晶粒微細化剤を作製し、この結晶粒微細化剤をAl溶湯中に添加したのち鑄造を行えば、 $3Al + Ti \rightarrow Al_3Ti$ なる反応により凝固核が鑄造中に形成するため、母相結晶粒の微細化が生じる。また、形成する Al_3Ti が粒状Ti粒子の形状を引き継ぎ、その際の平均不整合度が球状 Al_3Ti 粒子の平均不整合度2.99%に近くなるため、従来結晶粒微細化剤に比べて、より微細化性能に優れた結晶粒微細化剤を得ることができる。さらに本発明の結晶粒微細化剤はAl粒子とTi粒子との焼結のみで作製することができるため、従来結晶粒微細化剤に比べて簡便で低コストである。

【0017】

本発明のAl用もしくはAl合金用結晶粒微細化剤は、Al粉末もしくはAl合金粉末とTi粉末とを抵抗加熱もしくは赤外線加熱により400~550で焼結して得られるが、より簡便には同温度での放電プラズマによる焼結が好ましい。また、Al粉末とTi粉末との体積比が80~95:20~5であることが好ましい。なお、Al粉末の純度は99.5%以上が好ましく、粉末粒径は30 μm ~300 μm が好ましい。一方、Ti粉末は、純度99.5%以上が好ましく、粉末粒径は30 μm ~300 μm が好ましい。焼結により得られたAl用もしくはAl合金用の結晶粒微細化剤を700~850で溶解中のAlもしくはAl合金に投入し、攪拌後に鑄込みを行う。また、鑄造するAlもしくはAl合金に対する結晶粒微細化剤の重量比は0.1~2.0%が好ましい。なお、鑄造Al合金として、Al-Cu合金などに適用できる。

【実施例】

【0018】

10

20

30

40

50

以下、本発明を実施例に基づいてさらに詳細に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

【0019】

(実施例1：結晶粒微細化剤の作製)

タンブラーシェーカーミキサーによりAl粉末とTi粉末の混合粉末を作製した。ここで、Al粉末の純度は99.5%以上であり、粒径が53 μ m~150 μ mである。Ti粉末は、純度99.9%、粒径が90 μ m~150 μ mであった。また、作製した混合粉末中のTi粒子の体積分率(vol%)は10%である。また、使用したTi粉末は粒状である。その後、作製した混合粉末に対し、放電プラズマ焼結法にて、500、5分保持の条件で焼結を行い、結晶粒微細化剤を作製した。図5は、作製したAl-10vol%Ti結晶粒微細化剤の組織を示す電子顕微鏡写真であり、Ti粒子が均一に分散していることが分かる。さらに、図6に示すAl-10vol%Ti結晶粒微細化剤のX線回折ピークにはAlとTiのピークが存在しており、金属間化合物であるAl₃Tiのピークは観察されなかった。よって、放電プラズマ焼結中におけるAlとTiの反応は生じていない。

10

【0020】

(実施例2：結晶粒微細化剤を投入したAl鑄造材の作製)

作製した微細化剤の性能を確認するため、次の手順でAl鑄造実験を行った。148.8gの純Alインゴット(純度99.99%)をアルミナ坩堝に入れ、電気抵抗炉を用いて750で溶解し、1.2gのAl-10vol%Ti結晶粒微細化剤を添加した。その際、Al溶湯の酸化を防ぐため、アルゴン雰囲気中にて純Alを溶解した。微細化剤を添加した後に30秒間攪拌し、その後一定時間の保持を行った後に鑄型に鑄込み、空冷した。使用した鑄型は、鉄鋼製の金型であり、内径45mm、外径70mmおよび高さ70mmの寸法を有する。なお、比較試料を得るため、結晶粒微細化剤の添加を行わないAl鑄造材およびAl粒子のみを焼結した材料を添加したAl鑄造材も作製した。

20

【0021】

(結晶粒微細化剤の効果の確認)

図7(a)は結晶粒微細化剤を添加せずに作製したAl鑄造材の光学顕微鏡写真であり、図7(b)はアルミニウム粒子のみを焼結した材料を添加したAl鑄造材の光学顕微鏡写真である。粗大な結晶が観察され、結晶粒微細化剤を添加しないAl鑄造材の平均結晶粒径は3.606mm、アルミニウム粒子のみを焼結した材料を添加したAl鑄造材の平均結晶粒径は5.736mmであった。これに対して、図7(c)、(d)、(e)および(f)はAl-10vol%Ti結晶粒微細化剤を添加したAl鑄造材の光学顕微鏡写真であり、保持時間がそれぞれ0分、15分、30分および120分である。Al-10vol%Ti結晶粒微細化剤を用いたAl鑄造材の平均結晶粒径を図8に示す。Al-10vol%Ti結晶粒微細化剤を添加した鑄造材の方が均質で微細な組織を有しており、結晶粒微細化剤が有効に働いていることが分かる。アルミニウム粒子のみを焼結した材料を同量添加した鑄造材では図7(b)に示すように微細化は全く認められなかったため、Al-10vol%Ti結晶粒微細化剤の添加による微細化の原因は微細化剤中のAl酸化物によるものでなく、TiとAlとが反応し、球状あるいは粒状のAl₃Tiが形成することに起因する。TiとAlとの反応を確認するため、Al-10vol%Ti結晶粒微細化剤を600で24時間時効したところ、図9に示すようにAl₃Tiの形成が確認された。また、図9より、従来添加剤を同条件で鑄造した場合に比べて、フェーディングが遅く発生することがわかる。これは、TiとAlとの反応に時間がかかることによる。したがって、本発明によりフェーディングが遅延して発生する微細化剤の提供が可能となった。

30

40

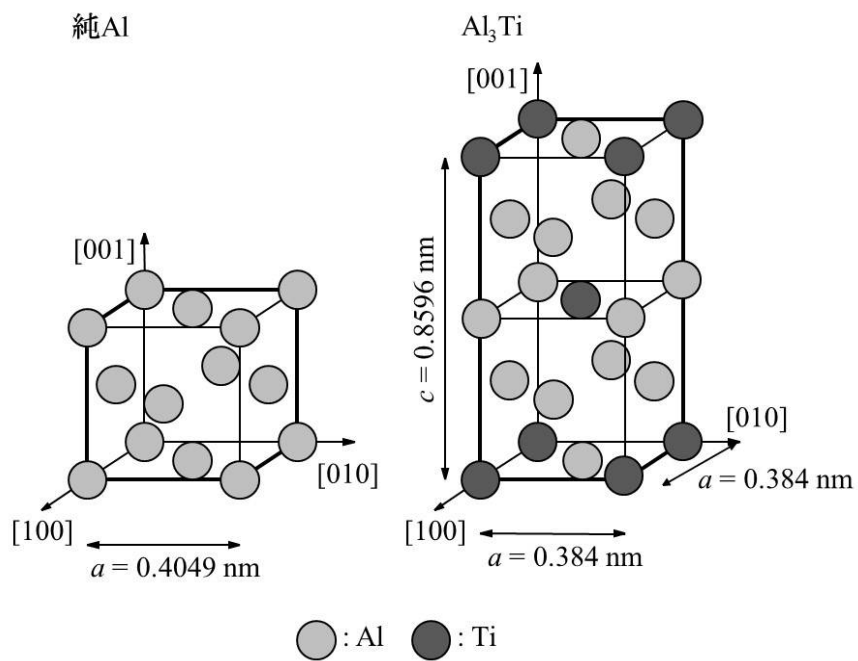
【産業上の利用可能性】

【0022】

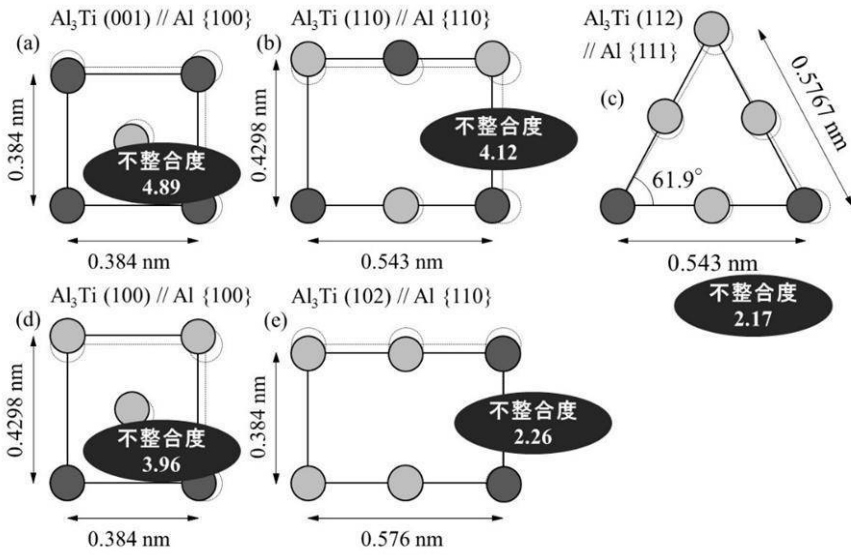
本発明はAlもしくはAl合金の鑄造に利用できる。

50

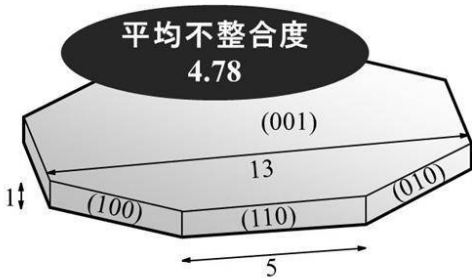
【 図 1 】



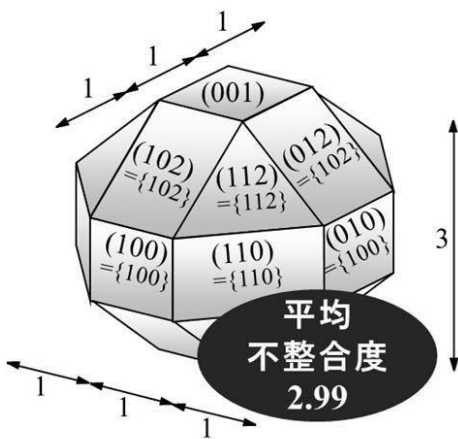
【 図 2 】



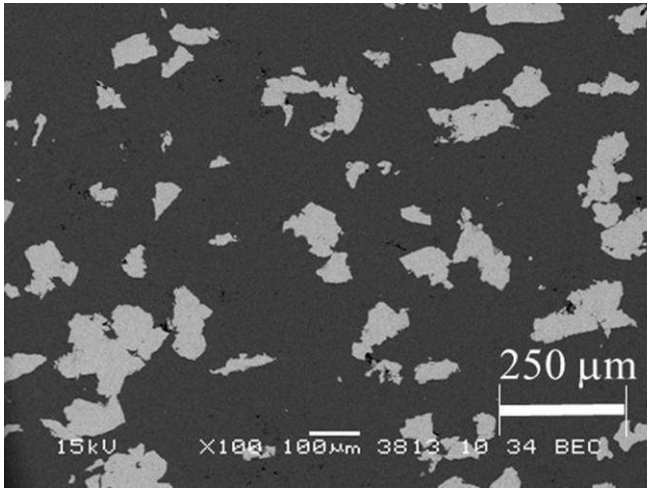
【 図 3 】



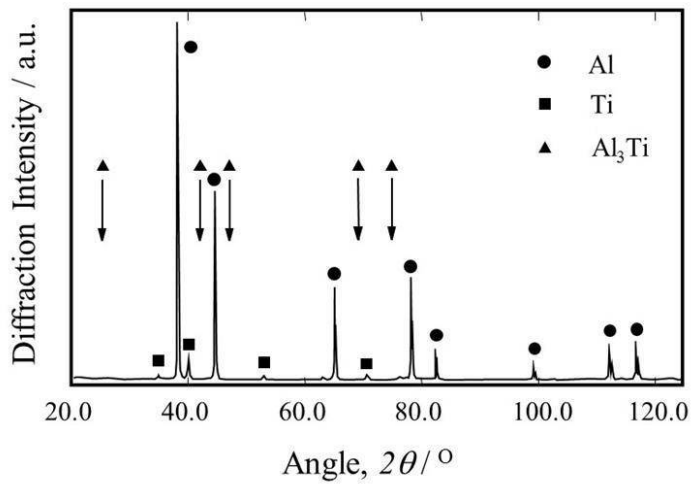
【 図 4 】



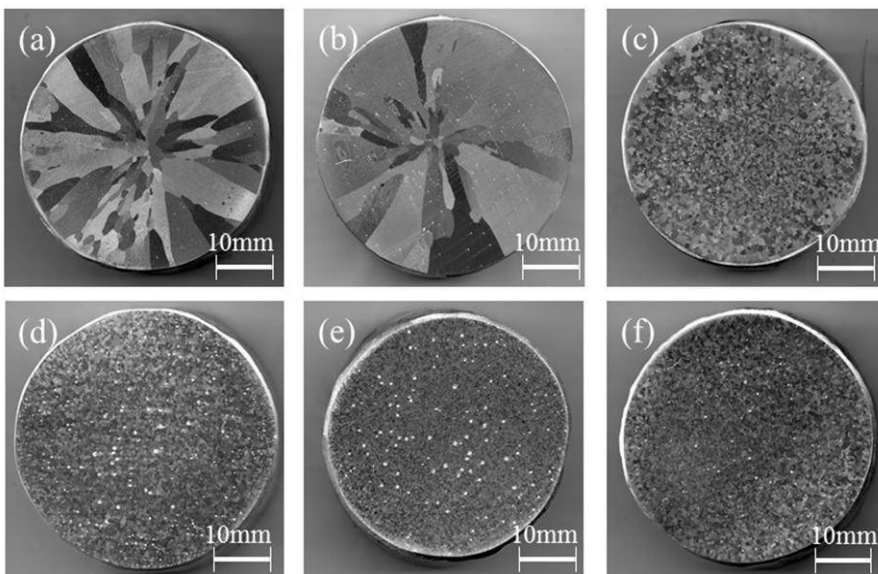
【 図 5 】



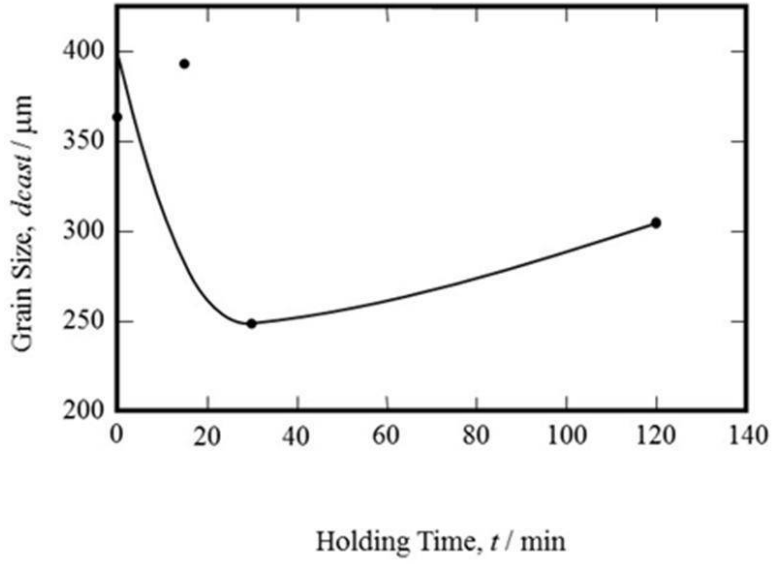
【 図 6 】



【 図 7 】



【 図 8 】



【 図 9 】

