

平成29年度

戦略的基盤技術高度化・連携支援事業

戦略的基盤技術高度化支援事業

「均一分散を可能にする炭素添加技術を用いた高強度・高伸び率とコストを両立
した AC2A をベースとする鋼化アルミ合金の開発」

研究開発成果等報告書

平成30年3月

担当局 関東経済産業局

補助事業者 栃木県産業振興センター

目 次

第1章 研究開発の概要

1-1	研究開発の背景・研究目的及び目標-----	p1
	【課題及びニーズ】-----	p1
	【研究背景】-----	p1
	【成果及び目標値】-----	p5
1-2	研究体制-----	p8
1-3	成果概要-----	p9
1-4	当該研究開発の連絡窓口-----	p9

第2章 本論

【1】	信頼性の高い製品の安定生産への対応	
【1-1】	一体化型の炉の開発-----	p10
【1-2】	気泡発生状態の把握及び引張試験誤差の低減-----	p10
【2】	アルミニウム合金の性能の向上への対応	
【2-1】	炭素量の最適化-----	p14
【2-2】	熱処理条件の最適化-----	p16
【3】	品質の把握	
【3-1】	腐食性の検証-----	p17
【3-2】	炭素の定量法の確立-----	p18
【4】	コスト低減への対応	
【4-1】	製造条件の最適化-----	p20
【4-2】	リサイクル性の確認-----	p21
【5】	マーケティング-----	p21

最終章	全体総括-----	p22
-----	-----------	-----

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

【課題及びニーズ】

近年、環境問題の深刻化に伴い、欧州諸国などを中心に自動車のCO₂排出量の規制が強化されつつあり、日本でも平均燃費の目標値が掲げられている。国土交通省の発表^{※1}では小型自動車の2020年度の燃費目標値は20.3km/Lとなっており、2015年度の基準である17.0 km/Lに対して19.4%もの燃費改善を求められている。このようなCO₂排出量削減・燃費向上の流れに対応する一つの手段として、自動車の車体の軽量化が各川下自動車メーカーで進められている。

※1 乗用車の2020年度燃費基準に関する最終とりまとめ（平成23年10月）

<http://www.mlit.go.jp/common/000170128.pdf> 【国土交通省HP】

そこで比重が鉄の約3分の1のアルミニウムが注目されており、自動車部品に使用するアルミニウムを増やすことで、軽量化が図られている。しかしながら、鉄の1kg当たりの単価が数十円であるのに対し、鋳造用のアルミニウム合金であるAC2Aは国内価格が1kg当たり約385円と高価であるため、川下自動車メーカーでは、①既にアルミニウム合金化している部品においては、部品の更なる薄肉化を行うことで軽量化とコストダウンを目指しており、②今後アルミニウム合金に置き換えを目指す部品においては、薄肉化等で合金使用量を削減し、アルミニウム合金置き換えによるコスト増を抑え、軽量化とコスト増のバランスを見極めながら自動車1台当たりのアルミニウム合金使用量を増やすべく研究開発を進めている。

しかし、現在の合金の強度での薄肉化は限界にきており、更なる薄肉化の実現のためにはコスト上昇を抑えつつ強度が大幅に向上した新合金が求められている。具体的には、自動車のシリンダーヘッドなどのエンジン部品類に使用されているAC2Aを代替することを目的として、従来の合金の1.2倍以下（385円×1.2＝462円以下）のコストでAC2Aよりも高機能（引張強さ1.5倍以上、伸び1.5倍以上）な新合金を求める川下企業からの強いニーズがある。このニーズに応えることで、アルミニウム合金部品の更なる薄肉化を可能とし、更なる自動車の軽量化と低コスト化を実現でき、国内メーカーの国際競争力強化が図れると考える。

【研究背景】

<従来技術>

一般的に純粋なアルミニウム合金は非常に柔らかく、そのまま使用するには剛性が劣る。そのため、数種の金属元素を添加させたのちに、さまざまな熱処理を加えることにより、目的に応じた製品が提供されている。本特定研究開発で高機能化を図る鋳造用アルミニウム合金AC2Aは、強度の増加のために銅を添加し、鋳造性を高めるためにシリコンを添加するなど、2種類の元素を添加している。また、AC2Aよりも高強度材料であるAC1Bは、マグネシウム、チタンを添加することによりAC2Aの約1.2倍の引張強さを達成しているが、添加元素による高コスト化・リサイクル性の悪化等の問題があり、事業化対象製品である自動車のシリンダーヘッドなどのエンジン部品類への採用に至っていない。

表1 アルミニウム合金の比較

	従来技術		本特定研究開発
	従来の鋳造用 アルミニウム合金（AC2A）	高強度鋳造用 アルミニウム合金（AC1B）	鋼化アルミ合金 （AC2A+C）
主な添加元素	Cu, Si	Cu, Mg, Ti	Cu, Si, C

引張強さ(N/mm ²)	270	330	405 (目標値)
伸び(%)	1 以上	8	1.5 以上 (目標値)
コスト	○ (385 円 : 流通価格)	× (500 円 : 当社試算※ ²)	○ (436 円 : 量産時目標値)
リサイクル性	○	△	○ (AC2A と同等)

※² コストが高く、リサイクル性が悪い等の理由で生産が行われず、市場に流出していないため、当社で 1000 k g 製造を行う場合を想定して試算を行った。原材料費を 350 円 (Al と Cu の合金の市場流通価格)、工賃を 150 円 (Ti は高融点材料であるためエネルギーコストが増となること、Mg は高い化学反応性による取り扱いが困難であることを考慮) として算出。

<当社の炭素添加技術とこれまでの取り組み>

当社は創業以来、半田合金のリサイクル・製造に取り組んでおり、半田精錬における酸化還元処理の効率化のため、熔融半田に炭素(グラファイト)を均一分散させる炭素添加技術について技術蓄積を重ねてきた。当炭素添加技術は、非金属であるため合金化率が極めて少ない炭素を温度条件による金属の対流と独自の炭素添加プロセスによって金属間に炭素を均一分散させることで、5.5GPa、1200℃という超高压の特殊な条件下において0.05%しか炭素添加を行えなかった筑波大学の超高压法に対し※³で、0.7%まで炭素の添加量の増加を実現している。この炭素添加量は日本国内・海外の他の半田精錬業者では達成できず、加えて各研究機関の学術報告においても炭素の均一分散に着目した研究開発は見られないことから、この炭素添加技術は当社独自の技術と言える。

※³ 筑波大学第三学群工学基礎学類 卒業論文

「カーボンブラック添加による鉛フリーはんだ特性改善の研究」

著者 藤束 晃 指導教官 数理物質科学研究科 物性分子工学専攻 大嶋 建一

また、当炭素添加技術を酸化還元処理以外の用途に活用すべく、筑波大学の産学連携のコーディネートにより、平成 17 年から筑波大学大嶋建一教授との研究活動を継続して行っており、その成果として、305 半田合金 (Sn96.5Ag3.0Cu0.5%) や単純銅に炭素を添加させ、機械的な機能を高めた

新物質(炭素添加半田合金「カーボン・ソルダー」、炭素添加銅「エコカップー」)を開発・実用化し、特許※⁴も取得している。305 半田合金の場合、引張強さが炭素を添加していないものに比べて 2 倍以上になる結果が得られた。この際、結晶のサイズが小さくなっていることが観測されており、そのことにより機械的強度が上昇したものと推察している。

※⁴ 関連特許

「はんだ合金並びにその製造方法」国際出願番号 PCT/JP2008/072480 日本(日本登録番号:5408589号)、中国(中国出願番号:200880120294.4)

「銅合金並びにその製造方法」国際出願番号 PCT/JP2010/065131 日本(日本登録番号:5397966号)、中国(中国出願番号:201080037901.8)、アメリカ(米国出願番号:特願 13/393,253)、ロシア(ロシア出願番号:特願 2012113530)、韓国(韓国出願番号:特願 2012-7008745)

<予備実験結果(アルミニウム銅合金への炭素添加)>

炭素添加半田合金、炭素添加銅の開発を踏まえ、川下企業のニーズである鋳造用アルミニウム合

金 AC2A の高機能化を目指し、アルミニウム銅合金への炭素添加について予備実験を行った。実験条件としては、大気雰囲気中で、AlCu5%と AlCu5%C0. 5%を鑄造炉にて鑄込み温度約 800 度で作成し、熱処理を行わない状態で 13 号材料試験片へと加工し、引張試験を行った。

その結果、生材においては、炭素を添加していないアルミニウム銅合金に比べ、炭素を添加したアルミニウム銅合金は引張強さが約 2.7 倍、伸びが約 2.3 倍となる良好な結果が得られた(表 2)。

表 2 アルミニウム銅合金に炭素を添加した際の機械的強度の変化

名称	引張強さ(N/mm ²)	伸び(%)
AlCu5% (炭素 無)	47	1.6
AlCu5%C0.5% (炭素 有)	127 (約 2.7 倍)	3.6 (約 2.3 倍)

また、走査型電子顕微鏡 (SEM JEOL 社製 JXA-8530F) にて AlCu5%C0.3%と AlCu5%の合金組織表面の観察を行ったところ、当社開発のアルミニウム銅合金は炭素の添加によって組織が微細化していることが観測された (図 1)。そこで組織の微細化に炭素がどのように影響しているかを調べるため、AlCu28%C0.3%の炭素の分布状態を X 線マイクロアナライザ (EPMA JEOL 社製 JXA-8530F) によるカラーマッピングで確認した結果、炭素はアルミニウムが多い相と、銅およびアルミニウムと銅の混合物が多く含まれている相の境界に多く存在していることが観測された (図 2)。炭素は合金の組織の成長を妨げ、組織の微細化を引き起こしていると推測される。合金の強度が上昇するのは組織の微細化が起こることによって力を加えた際に、微細な組織が抵抗となり、合金の強度が上昇するためである。

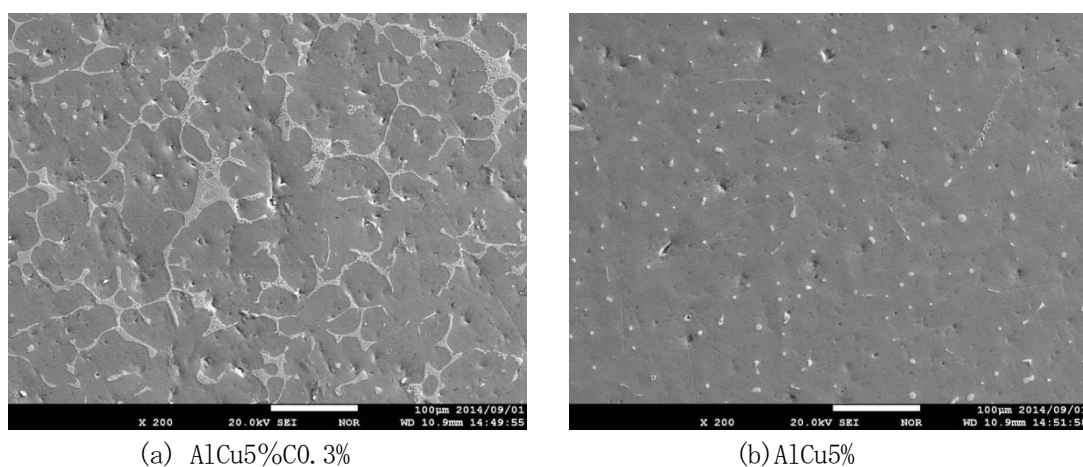


図 1 合金組織表面の比較

※AlCu5%C0.3 は AlCu5%に比べ、アルミと銅の合金部分である灰色の部分が増え、組織が微細化されている。

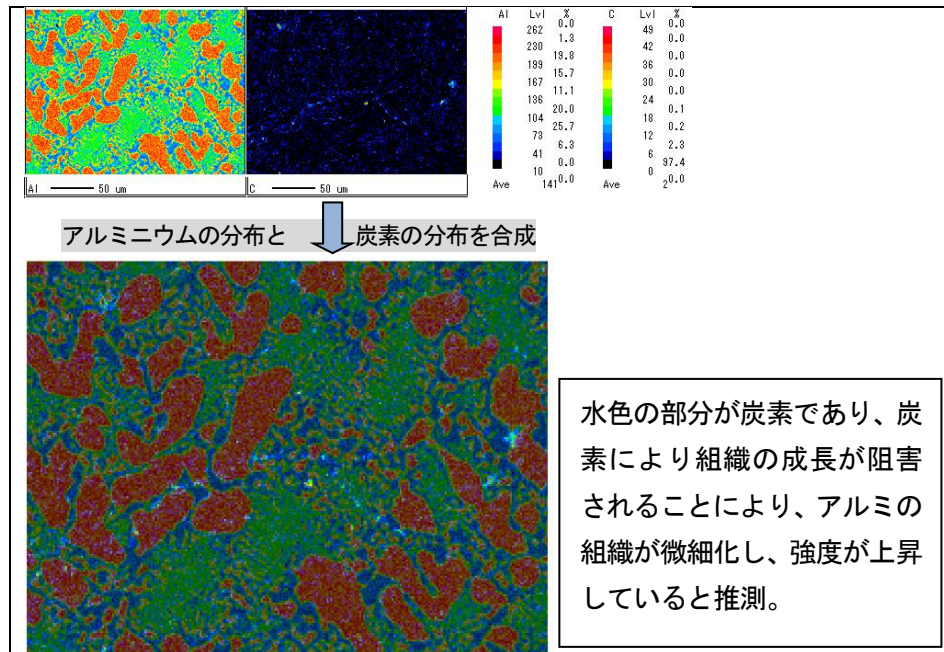


図 2 AlCu28%CO.3%の EPMA によるカラーマッピング写真

加えて、AlCu5%CO.5%について、T6 にて熱処理を行い、13 号材料試験片で引張試験を行った（表 3）。その結果、炭素添加を行っても他のアルミニウム合金と同様に熱処理による強度向上（引張強さ約 1.4 倍）が行えることが認められた。そのため、今後熱処理条件を T6 をベースに最適化することで、更なる強度向上を行えると予測している。

表 3 炭素添加アルミニウム銅合金の熱処理による機械的強度の変化

名称	引張強さ (N/mm ²)	伸び (%)
AlCu5%CO.5% (熱処理なし)	127	3.6
AlCu5%CO.5% (熱処理あり T6)	177 (約 1.4 倍)	6.7 (約 1.9 倍)

(参考)

AC2A	(熱処理なし)	180 ^{※5}	2 以上 ^{※6}
AC2A	(熱処理あり T6)	270 ^{※5} (1.5 倍)	1 以上 ^{※6} (0.5 倍)
AC2B	(熱処理なし)	150 ^{※5}	1 以上 ^{※6}
AC2B	(熱処理あり T6)	240 ^{※5} (1.6 倍)	1 以上 ^{※6} (変化なし)
AC4B	(熱処理なし)	170 ^{※5}	データなし
AC4B	(熱処理あり T6)	240 ^{※5} (約 1.4 倍)	データなし

※5 アルミニウムハンドブック（第 7 版） 社団法人 日本アルミニウム協会（平成 19 年 1 月）

※6 「ダイヤモンドホイール・ダイヤモンド砥石・CBN 工具・CBN 砥石と研削研磨の情報サイト」

<http://www.toishi.info/>

以上の予備実験の結果より、炭素添加によりアルミニウム銅合金の強度を大幅に上げることができ、熱処理による強度向上を炭素添加が阻害しないことを確認できた。本特定研究開発の対象である AC2A は添加元素として Cu の他に Si も用いられているため、アルミニウム銅合金と同等の強度上昇は困難であると想像でき

るが、川下ニーズである引張強さ 1.5 倍以上、伸び 1.5 倍以上の目標値は炭素添加量等の条件の最適化により十分に達成できると予測している（表 4）。

表 4 予備実験結果と本特定研究開発の目標値の整理表

	対象合金	炭素添加による効果 (生材における炭素添加有・無の比較)	
		引張強さ	伸び
予備実験	アルミニウム銅合金 (Al+Cu5%)	約 2.7 倍	約 2.3 倍
本特定研究開発	AC2A (Al+Cu3-4.5%+Si4-6%)	1.5 倍以上 (目標値)	1.5 倍以上 (目標値)

【成果及び目標値】

【1】信頼性の高い製品の安定生産への対応

【1-1】一体化型の炉の開発（㈱白金）

目標：当社は半田合金用の設備を流用してアルミ合金を作成していたため、アルミ専用の鑄造炉を開発し、合金の性能と生産効率の向上を目指す。

成果：アルミニウム合金に炭素添加を行う炉（高温炭素添加炉）と、その合金を鑄造しガス抜きを行う溶解炉（ガス抜き溶解炉）とを一体化した独自の炭素添加アルミニウム合金専用炉を開発した（図 3）。高温炭素添加炉、ガス抜き溶解炉は共に熱電対を備えており、制御盤による温度調整が可能となっている。ガス抜き溶解炉は濃度希釈と成分の調整を行いながら、回転脱ガス装置により溶湯中のガス抜きを行うことができるようになった。



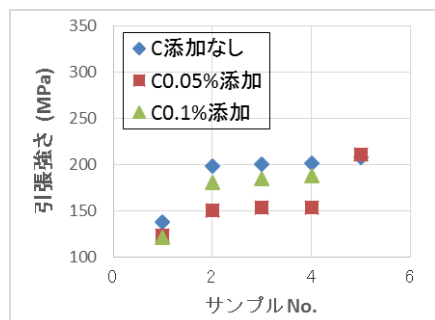
図 3 一体化炉

【1-2】気泡発生状態の把握及び引張試験誤差の低減（㈱白金・筑波大学・栃木県産業技術センター）

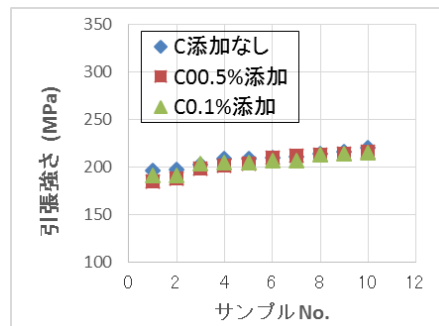
目標：引張試験における引張強さ・伸びの値において、最大値を真値とした場合に約 5%～20%の誤差が発生し、合金の信頼性が損なわれていた。そこで、専用炉での鑄造で引張試験の誤差を 5%以下にする。

成果：炭素添加した AC2A 合金の鑄造を温度条件 720℃・ガス抜き条件 5L/min・15 分に設定した。さらに、アルミ専用金型を新たに作成し、引張試験片を 13 号試験片※⁷から 4 号試験片に変更することで、ばらつきを 36%から 5.4%まで改善することができた。引張強さの結果を図 4 に示す。

※⁷ 試験片は JIS Z 2241 による



旧金型 13号試験片



新金型 4号試験片

図4 炭素添加したAC2A材の引張強さ

【2】アルミニウム合金の性能の向上への対応

【2-1】炭素量の最適化（株白金・筑波大学・栃木県産業技術センター）

目標：AC2A 合金に対する炭素の添加量を 0.01%～0.4%まで変化させ、AC2A 生材に対し、引張強さ・伸び共に 1.5 倍以上（引張強さ 270MPa 以上、伸び 3%以上）を目指す。

成果：AC2A に炭素を 0.05%、0.1%、0.2%、0.4%の条件で添加を行い、引張強さと伸びを評価した。

炭素量が 0.05%の時、引張強さ 216MPa、伸び 3.7%となり、引張試験の結果が最大となった。

引張強さの目標値には届かなかったが、JIS 基準値である 180MPa と比べ 20%増加し、伸びについては目標値に達成した。

【2-2】熱処理条件の最適化（株白金・筑波大学・栃木県産業技術センター）

目標：炭素を添加した AC2A 合金に対し、溶体化処理（510℃で 8 時間保持）と時効硬化処理（160℃で 9 時間保持）の二種類の熱処理（T 6 条件）を施し、引張試験を作成する。また、温度と保持時間を変化させ、炭素添加 AC2A 合金に最適な温度条件を決定し、AC2A T6 に対し、引張強さ・伸び共に 1.5 倍以上（引張強さ 405MPa 以上、伸び 1.5%以上）を目指す。

成果：T 6 熱処理を行った炭素添加 AC2A 合金について引張試験を行った。炭素添加量が 0.1%の時、引張強さ 308MPa、伸び 3.76%となり、最大値となった。引張強さは当初の目標値には達しなかったものの、川下企業からのニーズである 300MPa 以上に到達し、伸びについては目標値に到達した。

【3】品質の把握

【3-1】腐食性の検証（栃木県産業技術センター）

目標：AC2A と鋼化アルミ合金について、JIS Z 2371（塩水噴霧試験方法）の規格に準ずる耐食性試験を行い、耐食性の比較を行う。

成果：試験の結果、腐食性はほぼ変化せず、目視でも大きな違いは観察されなかった（図5, 表5）。

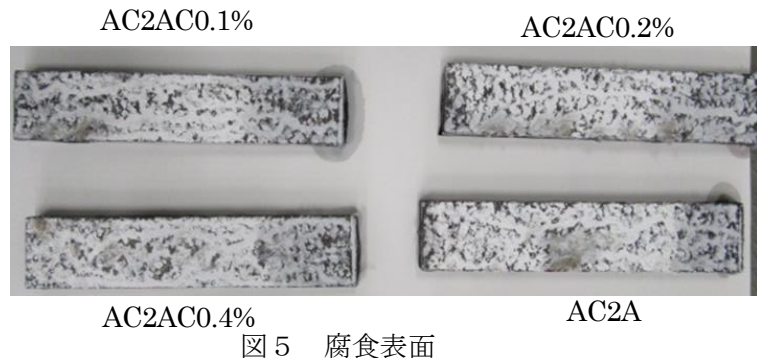


図5 腐食表面

表5 腐食減量

試料名	炭素添加量 (%)	有効試験体数	原料平均 (g/m ²)
AC2A	0	5	61.8
	0.1	4	63.3
	0.2	4	71.7
	0.4	1	66.6
AC4C	0	4	21.2
	0.1	4	22.2
ADC12	0	4	77.7
	0.4	4	72.4

【3-2】炭素の定量法の確立（株白金・筑波大学・栃木県産業技術センター）

目標：手分析において、溶解条件や計量方法、及び乾燥条件の検討を行い、繰り返し誤差±20%定量が可能な条件を導出する。さらに、炭素硫黄同時分析装置を用いた定量法についても検討し、手分析の結果を標準として繰り返し誤差±30%以内を実現する独自の定量法の確立を目指す。

成果：（手分析）炭素添加アルミ合金を混酸で溶解させ、ろ過し、残量物を測定したが、炭素の添加量に対し正確な値を求めることができなかった。

（機器分析）炭素添加アルミニウム合金への炭素添加量の違いによらず、炭素含有量はほぼ一定の測定結果となった。

【4】コスト低減への対応

【4-1】製造条件の最適化（株白金）

目標：合金製造の温度・排気条件、炭素の添加量、熱処理条件などの検討結果から、引張強さと伸びの目標値を満たしつつ、最も低コストとなる組み合わせを選定し、各条件を最適化することで製造コストを試作段階で 201 円/kg にする。

成果：試験炉での鑄込み単価は195円/kgほどになった（表6）。

表6 試作段階での製造コスト

	サンプル作成コスト
一日の鑄込みによる生産量	80kg
エネルギーコスト※7	2800 円
人件費※8	12,800 円
鑄込みトータルコスト	15,600 円
鑄込み単価 (A)	195 円/kg

※7 エネルギーコストについては、単価を 350 円/h（重油+ガス+電気）とし、小型炉で8時間

※8 人件費については、作業員単価を 1,600 円/h とし、小型炉で1名が6時間、もう1名が2時間

【4-2】リサイクル性の確認（株白金・筑波大学・栃木県産業技術センター）

目標：炭素添加アルミ合金に対して、通常の AC2A を用いて 5 倍、10 倍等の複数条件で希釈し、炭素の効果がどの様に変化するのか引張試験で評価を行う。その結果から、炭素添加の効力が無くなる希釈量を把握し、提案合金のリサイクル性を確認する。

成果：【2-1】からわかるように、0.05%まで炭素を希釈した結果、引張強さ及び伸びに影響がみられた。さらに濃度を下げて影響が出なくなるまで試験を行う必要がある。

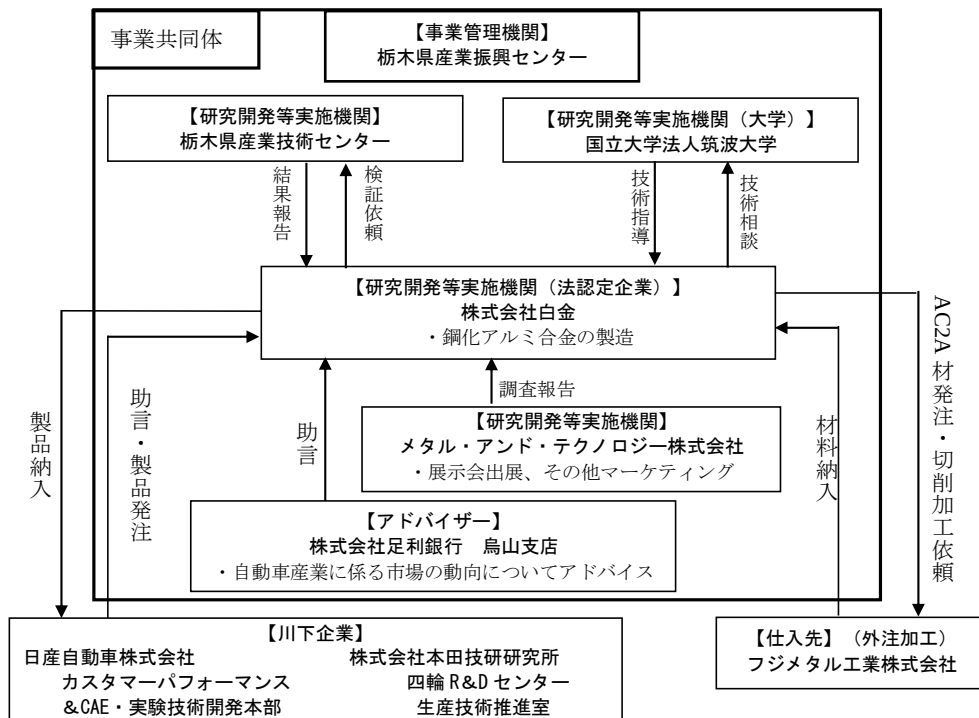
【5】マーケティング（メタル・アンドテクノロジー株）

目標：川下企業に採用されるため展示会や企業訪問などを通じ、情報の発信を行っていく。

成果：28 年度にプレスリリース※⁹を日本、中国、アメリカ向けに行った。また、高機能金属展、車の軽量化展などに計三回出展し、300 社以上の企業からの訪問を受けた。そのうちの 13 社とは現在も情報交換を行っている。さらに、そのうち 2 社とは秘密保持契約を結び、4 社と共同研究を行っていく。

※ 9 《機械的強度の飛躍的な向上が期待できる炭素添加アルミニウム銅合金材料の作製に成功》
～炭素添加による結晶組織の微細化を確認～ 2016年4月19日（日本）

1-2 研究体制



研究機関	担当者	役割
株式会社白金	伊地知基義	鋼化アルミ合金の作成と試験の方向性の決定を行う。
メタル・アンド・テクノロジー株式会社	伊藤修一	当技術の情報発信や川下企業からのニーズを収集する。
国立大学法人筑波大学	大嶋建一	炭素のメカニズムの解明と技術相談を行う。
株式会社足利銀行	町田全宏	市場の動向についてのアドバイスを行う。

1－3 成果概要

炭素添加アルミ合金鑄造用の一体化炉の開発、ガス抜き装置の導入、新鑄造用金型の製造により、引張強さの誤差が36%から5.4%まで減少し、安定した材料の製造を行うことができるようになった。また、製造条件の管理が容易になり、試作段階での製造コストが195 円/kg まで抑えられ、当初の目標を達成した。

炭素添加アルミ合金の鑄造のままとT6熱処理を行ったサンプルの引張試験を行った。引張強さは鑄造で216MPa（目標値 270MPa）、熱処理で308MPa（目標値 405MPa）となり、どちらも当初の目標値には届かなかった。しかし、川下企業の要望である熱処理後 300MPa 以上という値は達成できた。伸びについては鑄造で3.7%（目標値 3%）、熱処理で伸び3.76%（目標値 1.5%）となり、目標値以上の結果となった。

腐食試験で確認を行ったが、炭素添加によって腐食性が大きく変化することはなく、ほぼ同等の結果を示した。炭素の定量については手分析、機械分析ともに炭素は検出されなかった。過去の顕微鏡写真では炭素が確認できているため、今後も慎重に分析手法については検討していく必要がある。

営業方面の活動としては、28 年度にプレスリリースを日本、アメリカ、中国で行った。また、高機能金属展、車の軽量化展などに計三回出展し、300 社以上の企業からの訪問を受けた。そのうちの13 社とは現在も情報交換を行っている。さらに、そのうち2社とは秘密保持契約を結び、4社と共同研究が決定した。

1－4 当該研究開発の連絡窓口

株式会社 白金

田島匠

TEL 0287-84-1687 FAX 0287-84-2127

E-mail t.tajima@metal-techno.jp

第2章 本論

【1】信頼性の高い製品の安定生産への対応

【1-1】一体化型の炉の開発

予備実験で評価を行った炭素添加アルミニウム合金は、引張試験における引張強度・伸びの値において、組成にもよるが最大値を真値とした場合に約5%～20%の誤差が発生し、合金の信頼性が損なわれていた。この誤差は、半田などの合金製造用の既存の設備を流用して大気圧中で製造していることによる気泡の混入に起因するものと予測しているため、アルミニウム合金専用の炭素添加炉と、ガス抜き溶解炉の導入を行った（図6）。これらは当社の既存の炉の設計を参考にアルミニウム合金製造用に新たに作った炉で、炉の内部構造、重油バーナーの火力などが変更されている。また、不活性ガスを使い溶湯中の水素ガスを除去し、鑄造合金内の気泡の発生を防ぐ、回転脱ガス装置をガス抜き溶解炉に導入した（図7）。これらの炉は、バーナーと熱電対が連動する構造になっており、炉の温度制御が可能となっている。



図6 炭素添加炉とガス抜き溶解炉

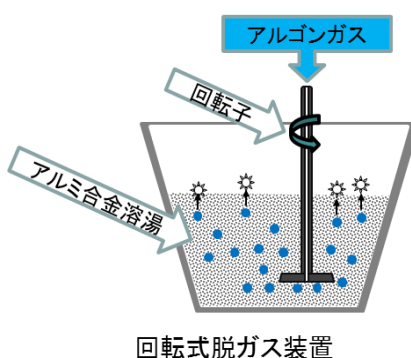


図7 回転脱ガス装置

【1-2】気泡発生状態の把握及び引張試験誤差の低減

・ばらつきの評価方法についての予備実験

引張強さのばらつき・ $\pm 5\%$ 以内を評価するためには、鑄造品質を向上すると同時に、引張試験自身に起因するばらつきを十分抑制することが必要となる。そこで安定した物性を有していると考えられるアルミ圧延板材から試験片を作製し、職員3人がランダムに選んだ試験片について各自引張試験を実施した。なお、試験速度制御は同一とし、試験の諸元は、表7のとおりである。測定結果のばらつきは、0.2%耐力及び引張強さについて 2σ を計算し、評価を行った。

表7 引張試験の諸元

材質	アルミ圧延板材（ $t=2\text{mm}$ 、市販材）
試験片	JIS 13 号 B（平行部フライス加工）
試験機	オートグラフ（AG-50KNI、島津）
伸び計	ビデオ式（島津、レンズ25 倍）
試験速度	応力増加率（ $5\text{N/mm}^2/\text{sec}$ ）

サンプルの気泡の確認はX線CTによる画像観察で行うため、インゴットの状態で、X線CTスキャン（SMX-225CT/SV 島津製作所）により中央部約60mmの高さ範囲を撮影し、注湯側（上）から3領域に分けて空孔を観察した。空孔率は、撮影CT 画像から各領域で最も空孔が多いと判断した画像を選択し、ソフトウェア処理により二値化し、製品面積と黒部（空孔部）との比率を算出し空孔率とする。これらは主にインゴットで

の空孔の分布状態を把握するための作業となる。

次にサンプルを図8の上・中・下3領域で切断し、各1枚ずつJIS13号試験片を加工した。試験片の平行部（高さ範囲60mm）について空孔率を算出したのち引張試験を実施し、空孔率と引張強さとの関連を検討した。

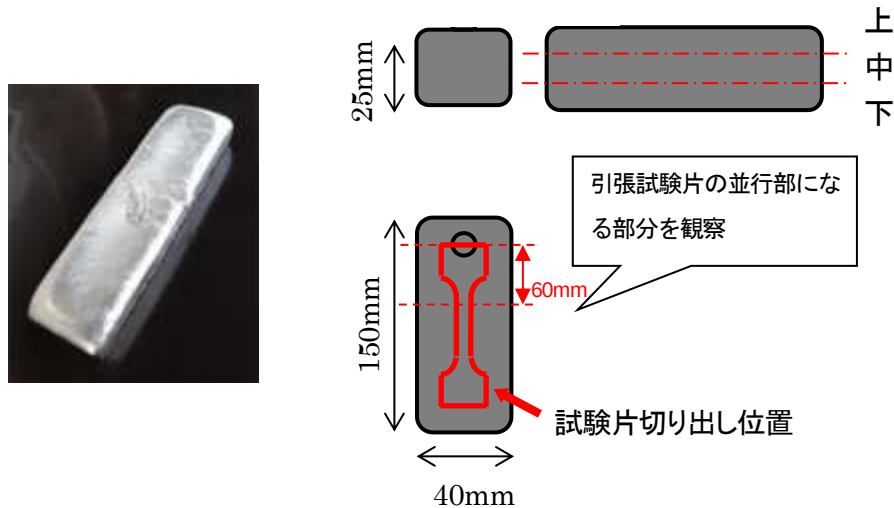
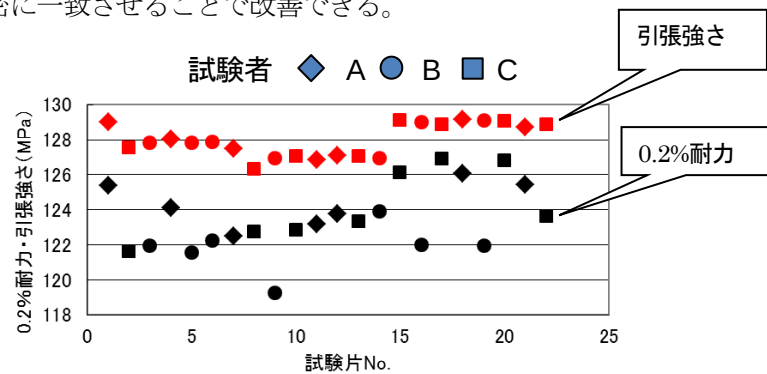


図8 X線CTの観察位置及び試験片切り出し位置

品質の安定した圧延材では引張強さのばらつきは 2σ で0.8%と非常に少なく、試験者の技能等を含め、引張強さのばらつき・ $\pm 5\%$ を測定するために十分な信頼性が得られた（図9）。0.2%耐力については、 2σ で3.3%以下と引張強さに比べ大きな値となった。試験者の要因も考えられるが、このばらつきは伸び計の校正及び使用方法を厳密に一致させることで改善できる。



試験片採取位置	試験片No.	0.2%耐力 (MPa)	2σ (MPa)	引張強さ (MPa)	2σ (MPa)	%
1	1～7	122.8	2.87	127.9	1.02	0.8
2	8～14	122.7	3.17	126.9	0.53	0.4
3	15～22	124.9	4.10	129.0	0.32	0.3

図9 0.2%耐力及び引張強さのばらつき

観察画像と空孔率の計算結果を図10に示す。黒色部が空孔を示し、AC2A（上）で確認できる白色部は母材より密度の高い金属だと推定される。他の2サンプルは気泡と思われる細かな空孔が観察された。サンプルの観察高さを60mmに設定したことで、空孔の識別は0.5mm程度から可能である。X線CTは立体観察であるため、

空孔の箇所と分布、幅や深さを判断することができた。なお、各サンプルの空孔は、外周部に比べサンプル中央部に発生している傾向があることを確認した。

不良の大きいサンプルについては切削試験で明確に判断可能であるが、空孔の分布状態や気泡除去の成否を判断するなど細かな空孔を認識する必要がある場合はX線CTを使用した観察が有効であると考えられる。

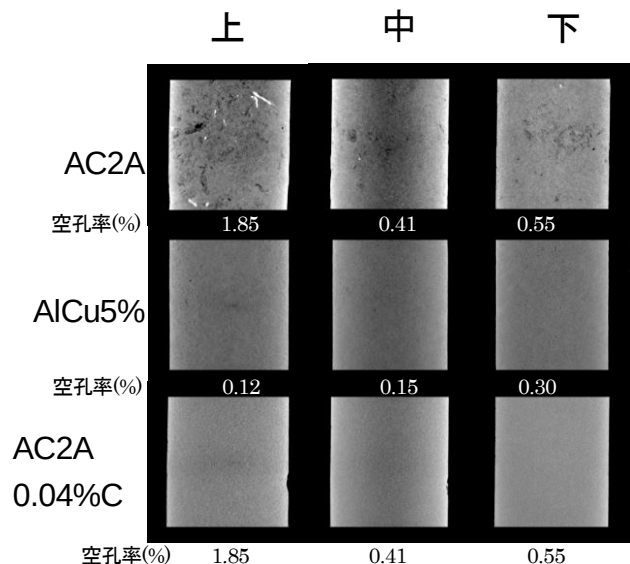


図 1 0 X線CTによる空孔の観察結果

空孔率と引張強さの関係を図 1 1 に示す。比較して空孔が少なく、鑄造状態が均一であったAC2A0.04%について相関が確認された。空孔率が約1/2となることで引張強さは約1.5倍に上昇することから、空孔の抑制が引張強さの向上に寄与することがわかった。

JIS 規格のAC2A（生材）の引張強さは180MPa で、AC2A0.04%の空孔率0.14%の結果と同等である。また、回帰曲線のY 切片（空孔率0%換算）は約250MPa で、炭素添加AC2A の目標とする270MPa に近い値である。このことから、鑄造時の気泡除去能力の向上及び炭素添加量の増加とその最適化を推進することで、目標とする引張強さを持つアルミ鑄物用合金の開発が可能であると考えられる。

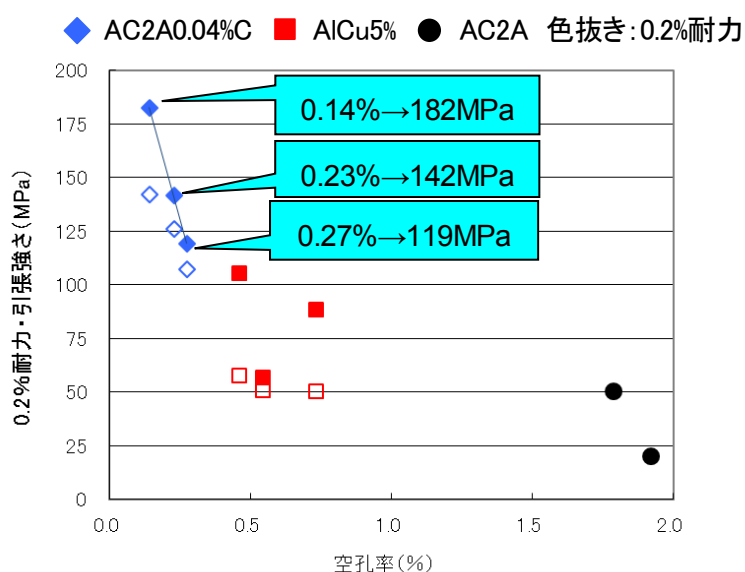


図 1 1 空孔率と引張強さの関係

・実際のサンプルでの評価

回転式脱ガス装置を稼働して得られた溶湯を上面開放金型にひしゃくで流し込み、铸造したインゴットについて残存する空孔の状態を評価した。铸造を行う際には気泡の混入をできるだけ防ぐ為の砂型铸造用の木型と型枠の作成しておき（図12、図13）、そこに铸造を行った。

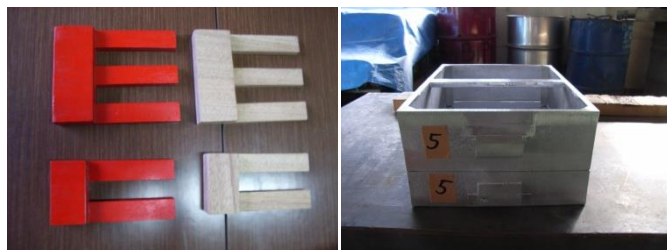


図12 木型・型枠

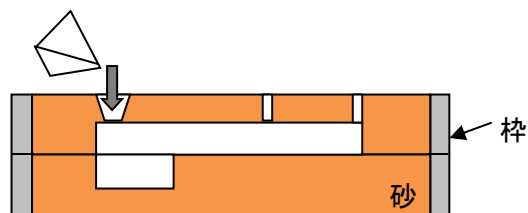


図13 砂型铸造イメージ

サンプルの評価は切断面評価（破壊検査）とX線CTスキャン（非破壊検査）の両方を行った。非破壊検査ではインゴット上面（注ぎ側）の不良部及び底面の付着不純物を除去するため、上面を約10mm、下面を約3mmフライス除去し、厚さを14mmに統一して観察を行い、観察はX線CTスキャン（SMX-225CT/SV 島津製作所）を使用した。

目視では気泡の確認はできなかったが、CTスキャンの結果、空孔はAC2Aが最も多く確認された（図14）。炭素添加品はAC2Aに比べ空孔が少ないが、C0.4%では不鮮明な画像として観察される部分が認められた。これらは完全な空孔ではないが、内部組織が粗い状態であると考えられる。脱泡装置の稼働により铸巣等の発生につながる重大な欠陥は抑制され、細かな気泡が全体的に分散されていることを確認した。

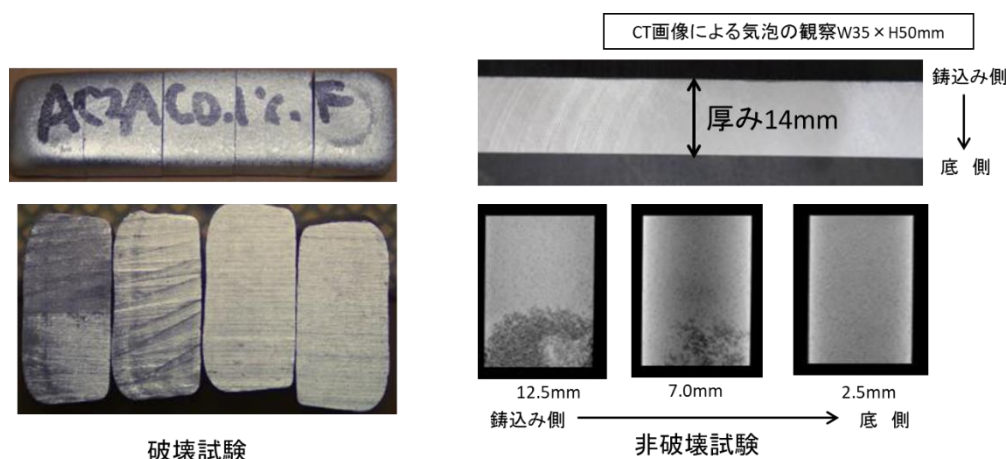


図14 試験片内部の状態

さらなる改善のため、JISH5202を参考に铸造用金型を作製した（図15）。旧金型の铸造品の高さは2cmだったが、新金型では、押湯の効果が出やすいように铸造品の高さを10cmにした。比較のため、旧金型の铸造品から13号試験片、新金型の铸造品から4号試験片と13号試験片を作製した。試験片寸法はJIS2241による。

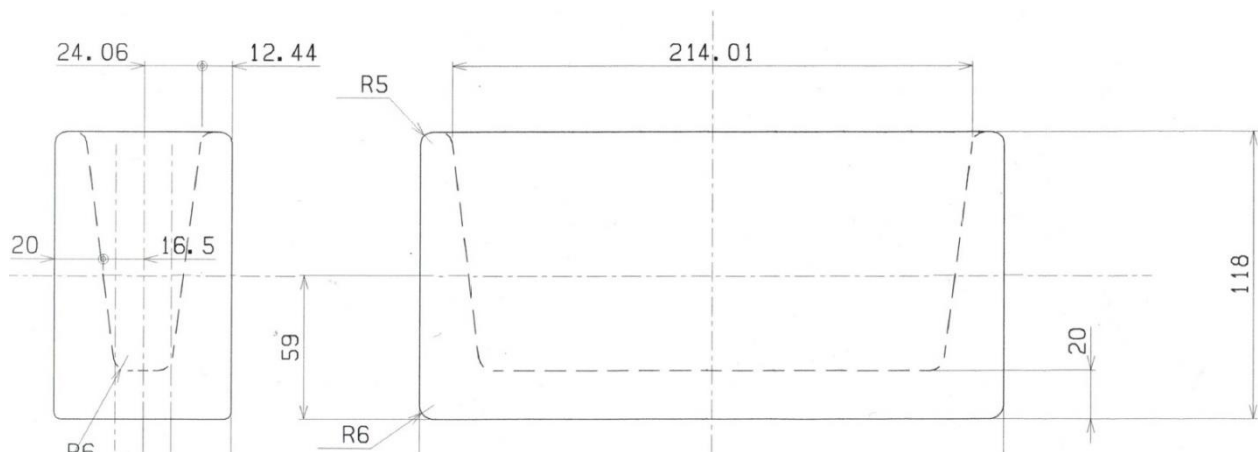


図 1 5 新金型図面

引張試験誤差の評価のために、改善された金型で作製された 4 号試験片及び 13 号試験片で引張試験を行い、測定結果のばらつきを評価した。

炭素添加したAC2A材の引張強さを図 1 6 に示す。旧金型で作成した13号試験片では引張強さのばらつきが最大36.0%と大きいですが、新金型で作成し、4号試験片に変更して試験を行った結果、ばらつきが5.4%まで改善した。

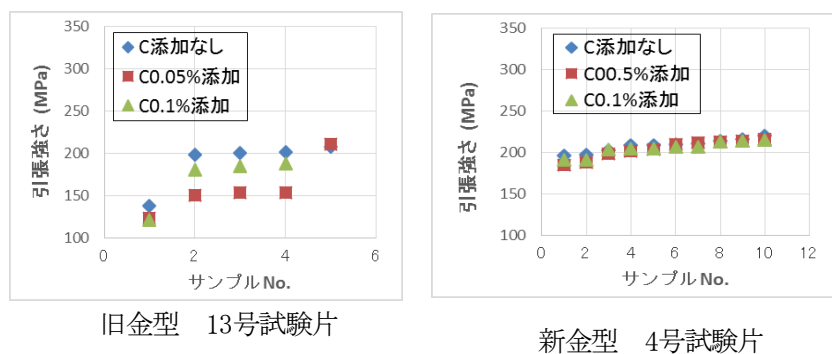


図 1 6 炭素添加したAC2A材の引張強さ

【2】アルミニウム合金の性能の向上への対応

【2-1】炭素量の最適化

炭素の添加量を変化させ、鋼化アルミニウム合金の物性値が最大になる炭素の添加量を求める必要があるため、未熱処理の AC2A 及び炭素添加品（0.1%、0.2%、0.4%）について引張試験を実施し機械的特性を評価した。試験片はインゴット底部側から採取し、JIS 13B 号試験片に機械加工した。引張試験は 50kN 型万能材料試験機（島津製作所 AG-50KN1）及びビデオ伸び計を使用し、応力制御（5N/mm²/sec）で試験を実施した。機械的特性と関連する鑄造組織の観察も行い、機械的特性と組織状態との関連性を調べた。

図 1 7 の引張試験結果に示すとおり、炭素添加が機械的特性に影響を与えることが確認できた。炭素添加量により 0.2%耐力、引張強さ、破断伸び値は同様の傾向で変化しており、0.1%から 0.2%の炭素添加量で比較して良好な数値を得た。一方、炭素添加量 0.4%の耐力及び伸び値は AC2A より低い値となったことから、添加量には適した範囲があると考えられる。

鑄造組織は炭素添加量により変化した。炭素添加量が増加するに従い鑄造組織が微細になる傾向が確認された。特徴的な部位を顕微鏡観察した結果を図 1 8 に示す。白地は Al 固溶体、不定形の褐色は CuAl₁₂、板状

または針状の灰色部はSiと思われる。C0.4%に顕著な網状の組織は、針状SiやAl-Fe-Mn-Si化合物が密集しているものと思われる。この部位は非常にもろく、またAl固溶体を分断することで、特に伸び特性に影響していると考えられる。

一方、C0.1%の鑄造組織はAC2Aの組織に近いが、CuAl₂が球状化し、針状Siも細く変化しており、これが機械的特性の向上に作用していると推測される。これらより、機械的特性の向上は添加量増加による組織の微細化ではなく、添加量の調整による組織制御が有効であると推測される。

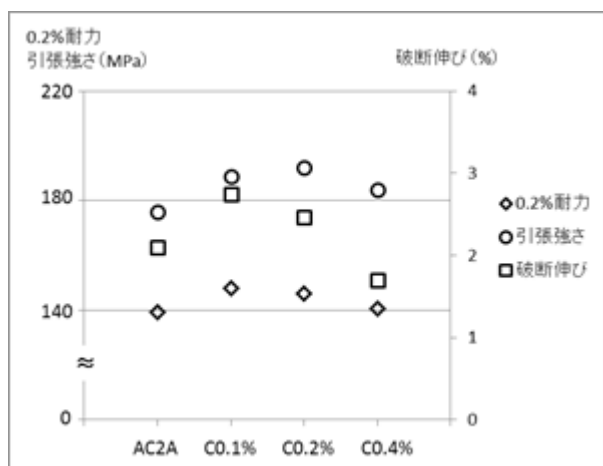


図 1 7 機械的特性の評価

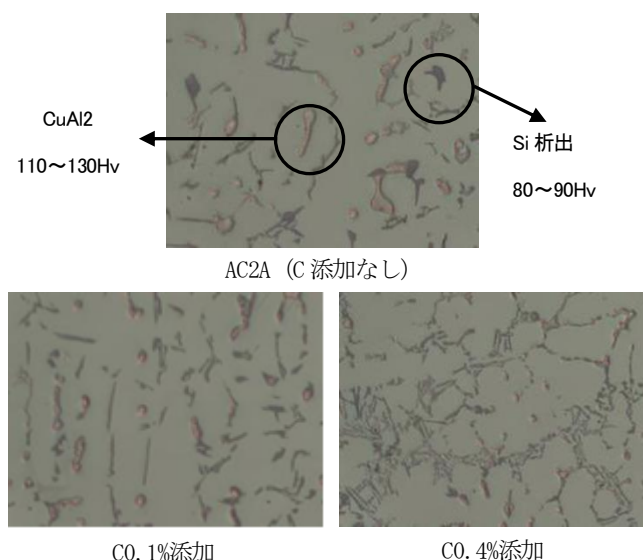


図 1 8 鑄造組織の観察 (×800)

上記の結果から、さらに低濃度でも炭素の効果が出ると考え、AC2A への炭素の添加量を 0%、0.05%、0.1% の 3 種類にし、サンプルを鑄造、引張試験片へと加工し、引張強さや伸びを評価した。

炭素添加量が0%、0.05%、0.1%の3種類を、旧金型で作製した13号試験片で引張試験した結果を図 1 9 に示す。引張強さは平均するとほぼ同程度であったが、炭素添加量が0.05%の試験片の引張強さと伸びが最高値を示した。

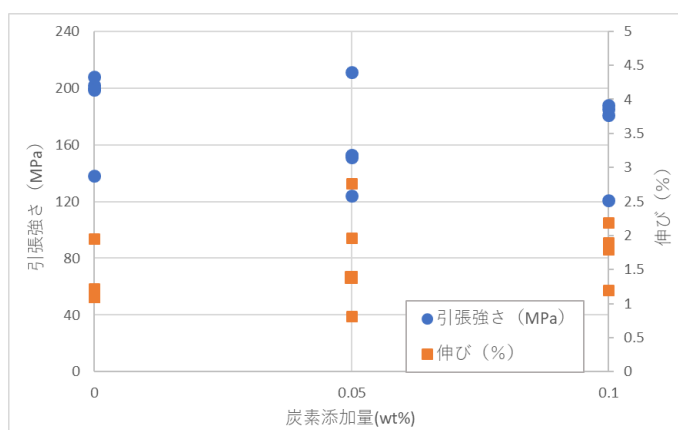


図 1 9 炭素添加した AC2A 材の引張試験結果

JIS基準値との比較

	引張強さ (MPa)	伸び (%)
AC2A (JIS)	180	2%以上
AC2AC0.05% 最大値	211	2.76%

【2-2】熱処理条件の最適化

アルミ合金は特定の熱処理をすることで引張強さを大きく向上させることが可能である。そこで、AC2A、AC2A+C0.1%、AC2A+C0.2%、AC2A+C0.4%の4種類の合金について各3本ずつ熱処理を行った。熱処理条件はJIS H0001に規定されているT6条件で行った。具体的な温度プロファイルは以下のとおり（表8）。

表8 熱処理条件

温度 (°C)	時間 (h)	熱処理名称
510	8	溶体化処理
160	9	時効硬化処理

溶体化処理終了後、素早く水で冷却を行い、その後よく乾燥させた後、時効硬化処理を行った。時効硬化処理後は炉内より試料を取り出し、空気中でゆっくり常温に戻した。

熱処理（溶体化：510℃ 8時間、時効処理：160℃ 9時間）を行った試作品について、引張試験及び組織観察を行った。熱処理により0.2%耐力及び引張強さは向上し、伸びは未熱処理と同等の数値となった（表9）。

金属組織は熱処理によりさらに微細化、特にSiが細かくかつ粒状化しており、未熱処理・C0.4%で確認された偏析が弱くなっており、伸びの向上につながっていると考えられる（図20）。

表9 熱処理材の機械的特性

	0.2%耐力	引張強さ	破断伸び
AC2A	194.4	250.1	2.3
C0.1	187.9	216.4	1.1
C0.2	205.9	241.9	2.6
C0.4	197.1	255.6	2.9

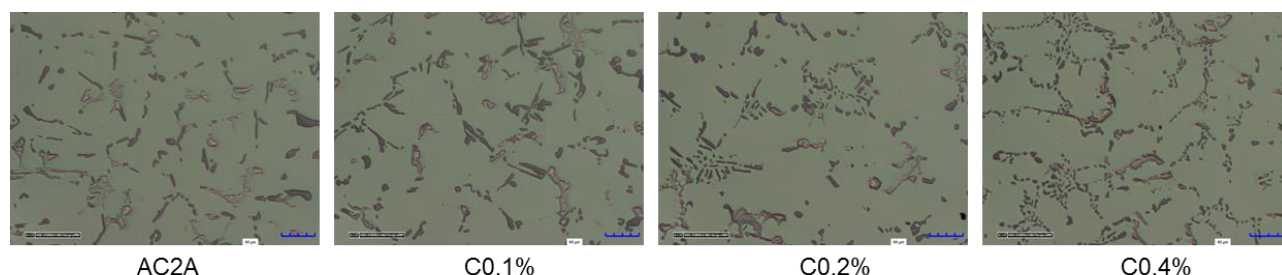


図20 熱処理品の铸造組織の観察（×800）

さらに低濃度での熱処理による変化を観察するため、溶体化処理温度510℃、処理時間8時間及び時効硬化処理160℃、9時間のT6熱処理を行った炭素添加量が0%、0.05%、0.1%の3種類の試験片について引張試験を行い、引張強さや伸びを評価した。旧金型で作製した13号試験片で引張試験を行った結果を図21に示す。引張強さは平均するとほぼ同程度であったが、炭素添加量が0.1%の試験片の引張強さ、伸びが最大の値を示した。試験の結果、未熱処理品では炭素添加量0.05%が引張強さが最大になり、熱処理品では炭素添加量0.1%の引張強さが最大になった。熱処理前と熱処理後で引張強さの伸びに変化があることが確かめられたため、炭素の熱処理への影響も含めて今後試験を行っていく必要がある。

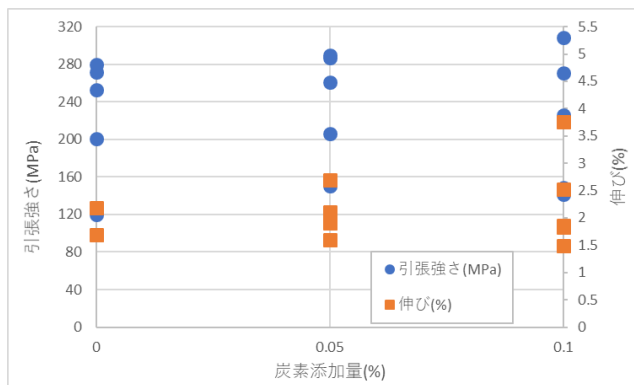


図 2 1 炭素添加した AC2A-T6 処理材の機械的性質

JIS基準値との比較

T6	引張強さ (MPa)	伸び (%)
AC2A (JIS)	270	1%以上
AC2AC0. 1% 最大値	308	3. 76%

【3】品質の把握

【3-1】腐食性の検証

炭素添加が各種アルミ合金の耐食性に与える影響を確認するため、JIS Z2371 に規定される中性塩水噴霧試験を 480 時間実施した。試料は 30×140mm (t=10mm) のサイズに加工された各種アルミ合金であり、最大面積をとる面 1 面を試験評価面とした。試作品の材種及び炭素添加量は以下のとおりである。

- ・ AC2A 炭素無添加, 0. 1%添加, 0. 2%添加, 0. 4%添加
- ・ AC4C 炭素無添加, 0. 1%添加
- ・ ADC12 炭素無添加, 0. 4%添加

中性塩水噴霧試験を 480 時間実施した後の各種アルミ合金の外観を図 2 2 に示す。試験 480 時間後の外観は、同じ材質間では添加炭素量によらず同程度の腐食が進行している様に感じられた。詳細に腐食量を検討するため、腐食生成物を濃硝酸で除去し重量測定後、腐食減量(g/m²)を計算した (表 1 0)。

AC2A の炭素無添加と炭素 0. 2%添加の試料間において、約 10g/m² の腐食量の増大が確認された。一方で本試験において、全ての試験試料について 5 点ずつ試験を行ったが、腐食減量が極めて小さいあるいはマイナスの値をとるものが存在した。結果集計の際にはそれらの試験結果を無効とし、腐食減量の計算に用いなかった。原因として、本試験で用いた試験試料は厚みがあったため、深さ方向に進行した腐食を十分に除去することができなかったことが考えられる。その点において、表 1 にまとめられた腐食減量についても、腐食を十分に除去し切れておらず、本来の数値よりも少なく評価されている可能性がある。より正確な腐食性の評価には、試験試料の厚みを薄くする必要がある。



上段左より AC4C-C0.1%, AC2A-C0.4%, AC2A-C0.1%, ADC12-C0.4%
下段左より AC4C, AC2A, AC2A-C0.2%, ADC12

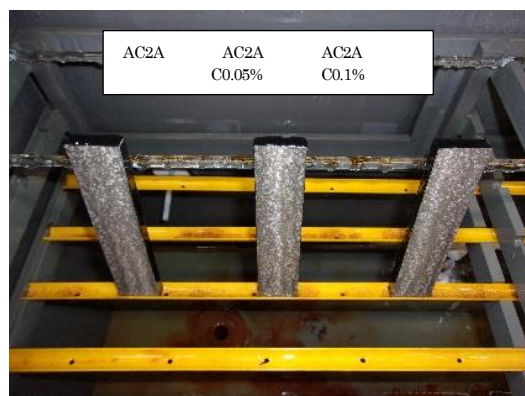
図 2 2 480 時間後の試験片外観

表 1 0 中性塩水噴霧後の腐食減量

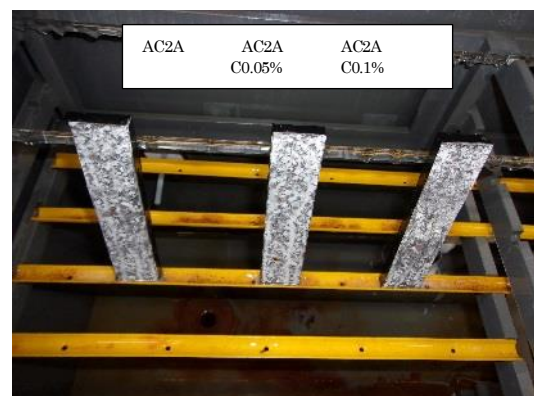
試料名	炭素添加量 (%)	有効試験 体数	腐食減量 (g/m ²)
AC2A	0	5	61.8
	0.1	4	63.3
	0.2	4	71.7
	0.4	1	66.6
AC4C	0	4	21.2
	0.1	4	22.2
ADC12	0	4	77.7
	0.4	4	72.4

さらに詳細な時間経過による表面の変化を観察するため、炭素添加量が 0%、0.05%、0.1%の 3 種類の試験片について再度、中性塩水噴霧試験を行った。8, 24, 48, 96 時間の時に途中確認を行い、168 時間になるまで実施した。

168 時間になるまで実施した結果を図 2 3 に示す。8 時間後からはほぼ同様の表面状態となり、炭素添加した試料の耐食性は、AC2A 材と同等の結果となった。



8 時間後



168 時間後

図 2 3 中性塩水噴霧試験後の試験片外観

【3-2】炭素の定量法の確立

炭素が合金内に分散されていることは引張試験およびEPMAなどの試験結果で実証されてきたが、炭素の正確な定量は従来の鉄鋼等に適用されている分析法では正確に行えないことが大手鉄鋼メーカー（JFEスチール(株)）等への調査で分かっている。事業化にあたり製品の品質保証及びリサイクルの際に炭素量の把握が必要となると見込まれるため、生産時に短時間で実施できる、分析装置を活用した炭素の定量法の確立が必要である。そこで産業技術センターにて炭素硫黄同時分析装置を用い、予備実験の際に使用したサンプルについて鉄鋼用標準試料を使用した定量分析を試行した。試料としたのは、炭素添加量の異なる3 種類のアリミ合金である。それぞれの炭素添加量は0%、0.05%、0.5%で、全てに銅が5%添加されている。今回はアルミニウム試料の炭素量定量のための分析条件の設定を使用した。概要は以下のとおり。

- ・ 試料量：0.3g

・助燃剤：Lecocel II HP 1.0g, Iron Chip HP 0.8g

・炉出力：90%

・標準試料：

スチールペレット502-414（炭素含有量：0.0182%），

スチールリング502-502（炭素含有量：0.069%），

スチールリング502-505（炭素含有量：0.541%）

なお、通常、標準試料には分析試料と同種の金属を使用するが、対象のアルミ合金に適した標準試料がないため、鉄鋼試料用の標準試料を代用した。

既存サンプルの炭素量の測定の結果、アルミニウム合金への炭素添加量の違いによらず、炭素含有量はほぼ一定の測定結果となった。これは、アルミニウム合金の炭素含有量を正確に測定できていないか、試料の炭素含有量が予想と異なっていることが考えられるため、測定条件を変えた炭素硫黄同時分析装置による分析か、手分析による定量との照合によって分析の精度を高めていく。

炭素濃度の分析については、鉄鋼材中の炭素量定量法を参考に、炭素硫黄同時測定装置（LECO ジャパン）を用いて測定した。ただし、アルミ合金については、目的量の炭素を含有した標準試料が市販されていないため、鉄鋼用の標準試料のうち、炭素濃度が0.01%から0.5%の範囲で4点用いて検量線を作成し、試作したAC2A及び炭素添加量（0.1、0.2%）について分析を行った。

炭素濃度の分析については、鉄鋼材中の炭素量定量法を参考に、炭素硫黄同時測定装置（LECO ジャパン）を用いて測定した。ただし、アルミ合金については、目的量の炭素を含有した標準試料が市販されていないため、鉄鋼用の標準試料のうち、炭素濃度が0.01%から0.5%の範囲で4点用いて検量線を作成し、試作したAC2A及び炭素添加量（0.1、0.2%）について分析を行った。

昨添加量にかかわらず0.01%程度の値となり、適切な定量ができていない結果となった。現在、サンプルの様々な部位（表面～内部～底面、サンプル周囲など）から試料採取を行い、分析を実施している。また、他の機器分析（蛍光X線分析装置など）についても適用可能性を検討し、試行を実施している。

表 1 1 炭素量定量分析結果

試 料	名目濃度 (%)	濃 度 (%)
ブランク (鉄鋼材分析用助燃剤)	0	-0.0032
ブランク (アルミ合金分析用助燃剤)	0	0.0019
標準試料：670-1(耐)	0.013	0.0168
標準試料：651-12	0.041	0.045
標準試料：023-8(炭2)	0.112	0.1137
標準試料：057-2(炭4)	0.54	0.5333
試 料：AC2A - C0	0	0.0134
試 料：AC2A - C0.1	0.1	0.0168
試 料：AC2A - C0.2	0.2	0.0123

《手分析》

・ AlCu3%と AlCu3%C0.4%を混酸（塩酸＋硝酸）で溶解させ、残留物をろ紙にろ過し、計量を行った。計量結果を表12にまとめる。どちらの溶液も目視にて沈殿物を確認することはできなかった。

表12 沈殿物重量

	理論値（g）	実測値（g）
AlCu3%	0	0.033
AlCu3%C0.4%	0.009	0.074

《機器分析》

- ・ 各種試料を炭素硫黄同時分析装置で測定した結果を図24に示す。炭素添加した試料は添加した炭素量に係わらず0.01%程度の値を示した。
- ・ 炭素添加した試料に炭素を加えた試料や、純アルミ及び純アルミに炭素を加えた試料について同じ条件で炭素量を定量したところ、純アルミ及び純アルミに炭素を加えた試料については、計算した濃度に近い数値となり、正常に測定できた。このことから、炭素が鑄造中に試料から放出している可能性が考えられる。しかし、炭素添加によって物性は変化しているため、炭素の分析は今後も慎重に行っていく。

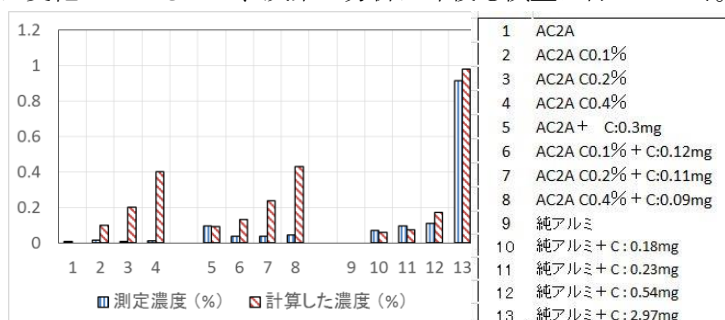


図24 炭素硫黄同時分析装置による分析結果

【4】コスト低減への対応

【4-1】製造条件の最適化

鋼化アルミニウム合金を製品化し、売り出していくにはコストをできる限り低く抑えることが重要である。そこで、鋼化アルミ合金作成の際の温度、時間条件を定め、管理を行い、効率化を図った。量産化前の試作段階での鑄込み単価は195円/kgほどになった（表13）。

表13 試作段階での単価

	サンプル作成コスト
一日の鑄込みによる生産量	80kg
エネルギーコスト※10	2800 円
人件費※11	12,800 円
鑄込みトータルコスト	15,600 円
鑄込み単価（A）	195 円/kg

※10 エネルギーコストについては、単価を350円/h（重油＋ガス＋電気）とし、小型炉で8時間

※11 人件費については、作業員単価を1,600円/hとし、小型炉で1名が6時間、もう1名が2時間

【4-2】リサイクル性の確認

炭素添加量0.4%のAC2Aを無添加のAC2Aで薄め、炭素量0.05%の試料を作成し、引張試験を行い、炭素の影響を確かめた。

【2-1】の図21の引張試験結果からわかるように、0.05%まで希釈しても炭素の影響は観察されたため、今後はさらに希釈し、影響のなくなる希釈率を求めていく。

【5】マーケティング

日本、米国、中国にて炭素添加アルミニウム合金のプレスリリースを実施した。

《機械的強度の飛躍的な向上が期待できる炭素添加アルミニウム銅合金材料の作製に成功》

～炭素添加による結晶組織の微細化を確認～ 2016年4月19日（日本）

高機能金属展（インテックス大阪）への出展を行い、60社程の会社と名刺交換を行った。そのうち数社にサンプルの提供・試験結果の報告を行った。

今年度は第3回、第4回関西高機能金属展、車の軽量化技術展、第4回東京高機能金属展、アイシンエイダブリュの社内展示会の5回の展示会に出展し、そこで得た見込み客に対する情報発信や、サンプルの提供を行った。具体的には、自動車メーカーとは引き続き情報交換を行っており、ダイハツ工業(株)にはサンプルの提供を行った。また、展示会での広い情報公開の結果、自動車業界だけでなく音響、電線メーカーにも情報、サンプルの提供を行うことができ、2社の秘密保持契約や4社との共同研究開発などが決定した。

最終章 全体総括

・研究開発成果

炭素添加アルミ合金鑄造用の一体化炉の開発、ガス抜き装置の導入、新鑄造用金型の製造により、引張強さの誤差が 36%から 5.4%まで減少し、安定した材料の製造を行うことができるようになった。また、製造条件の管理が容易になり、試作段階での製造コストも 195 円/kg まで抑えられ、試作段階での目標値を達成した。

物性値の評価については炭素添加アルミ合金の鑄造のままと T 6 熱処理を行ったサンプルの引張試験を行った。引張強さは鑄造で 216MPa（目標値 270MPa）、熱処理で 308MPa（目標値 405MPa）となり、どちらも当初の目標値には届かなかった。しかし、川下企業の要望である熱処理後 300MPa 以上という値は達成できた。伸びについては鑄造で 3.7%（目標値 3%）、熱処理で伸び 3.76%（目標値 1.5%）となり、目標値以上の結果となった。

腐食試験で確認を行ったが、炭素添加によって腐食性が大きく変化することはなく、ほぼ同等の結果を示した。炭素の定量については手分析、機械分析ともに炭素は検出されなかった。過去の顕微鏡写真では炭素が確認できているため、今後も慎重に分析手法については検討していく必要がある。

・研究開発後の課題・事業化展開

今後の研究課題として、補助事業内で行えなかった炭素の定量や、炭素の影響の出ない希釈率の解明などがある。また、川下企業から炭素添加によってアルミ合金にどのような作用が起こっているかのメカニズムの解明が求められている。そのため、新たに筑波大学と契約を結び、研究を行っていく準備を進めている。

事業化への展開としては、自動車メーカーからの要望が多く、車向けアルミ材料の半数以上を占めるダイキャスト材（ADC 1 2 など）にも本特定研究開発を応用し、鑄造で 10%ほど物性を改善することができたため、適用できる部品が増え、さらなる営業展開が期待できる。

しかし、これらの材料が自動車メーカーに採用されるまでには、5 年～10 年ほどの長期の開発期間が見込まれるため、これらの研究開発と並行し、比較的短い期間で採用されるであろう業界に向けた材料開発も現在行っている。

具体的には、電線メーカーである大黒電線と秘密保持契約を結び、純銅及びアルミ銅合金に炭素を添加した材料のサンプルを提供し、評価を行ってもらっている。また、音響部品メーカーの米島フェルトにもサンプルを提供し、現在評価中である。

これらのメーカーとも研究開発を行い、今後 2 年以内に鋼化アルミ合金を使った製品を開発する。その後、自動車用エンジン部品であるシリンダーヘッドで鋼化アルミ合金の採用を目指す。現在生産されている自動車のシリンダーヘッドのほとんどはアルミ鑄物、とくに AC2A が使用されているため、自動車の生産台数に応じたシリンダーヘッドの需要が発生すると考えられる。

日本の自動車生産台数は横ばいの状態が続いているが、車のモデルチェンジ時におけるシリンダーヘッド等における既存材料の置き換え需要をターゲットとするならば、当社の製造規模に対してニーズは十分に存在すると考えられる。

また、想定する自動車メーカーのアルミ合金の需要動向は、自動車を中心とした輸送機器での用途を中心に近年飛躍的に拡大している。また、自動車 1 台当たりのアルミニウム合金使用量も 2025 年まで飛躍的に増加すると予測されているため、本特定研究開発で培ったノウハウを活用し、従来の高強度アルミニウム合金（ジュラルミン等）よりも組成が単純かつ高強度なアルミ合金を提案できれば、その新材料を自動車の構

造材に適用することで自動車本体を軽量化しつつ製造コストアップを抑えるという自動車完成品メーカーにとって大きなニーズに答えることができると考えられる。