軽金属材料の溶体化・時効処理に
流動層炉を利用するための基礎的検討

Fundamental assessments of application of fluidized bed furnaces to solution and aging treatments of light metals

小林正和\*，綿貫雅敏\*\*，杉浦協司\*\*，竹下裕市\*\*，戸田裕之\*\*\*

Masakazu Kobayashi\*, Masatoshi Watanuki\*\*, Kyoji Sugiura\*\*, Yuichi Takeshita\*\* and Hiroyuki Toda\*\*\*

\* 豊橋技術科学大学 工学研究院 機械工学系

 Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Toyohashi University of Technology

\*\* 浜松ヒートテック株式会社

 Hamamatsu Heat-Tech Co. Ltd.

\*\*\* 九州大学　工学研究院　機械工学部門

 Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Kyushu University

**Abstract**

The feasibility of fluidized bed furnace to the solution and aging treatments of aluminum alloys has been assessed by examining concerns such as the efficiency of heat treatments and the delay of quenching, together with its merits such as the shortening of heat treatment and the possibility of high temperature heat treatments.

It has been concluded that high efficiency of heat treatments, which is comparable to that attainable with the combination of a salt bath and an oil bath, is obtained. By suppressing the delay time within 20 to 30 sec after taking out works from a fluidized bed furnace, no degradation in mechanical properties occurs. Allowable delay time is dependent on work size. Solution treatment time can be shortened to 60 min or below. Good mechanical properties are obtained even with the short solution treatment time of 15 min depending on the size or thickness of a work. This also enables to suppress pore growth at the same time. In addition, high temperature heat treatments at around ternary eutectic temperatures are realized with its precise temperature control, thereby realizing superior mechanical properties and shorter heat treatment time.

Keyword: Fluidized bed furnace, Solution treatment, Age-hardening treatment, Mechanical properties, Cast Al-Si alloy, X-ray CT

**概要和訳**

熱処理の効果，水冷までの遅延といった，流動層炉をアルミニウム合金の溶体化処理および時効処理に適用する際の懸念事項や溶体化処理の短時間化，高温化といった流動層炉の利用によって期待される点について調べ，併せて流動層炉の実用性を検討した。

流動層炉を用いた熱処理により，急速昇温が可能な従来の塩浴（溶体化処理）・オイルバス（時効硬化処理）の組み合わせと比較しても同等の材料特性が得られる。流動層炉でも，溶体化炉からワークの取り出し後，20～30秒程度以内に水冷すれば，材料特性の低下は見られない。許容される遅延時間は，厳密にはワークのサイズによって決まる。また，溶体化処理時間を60分程度以下に短縮することが可能で，ワークのサイズや厚みによっては，15分の短時間でも高い材料特性が得られる。そのため，同時にポアの成長を抑制することができる。これに加え，流動層炉を用いた精密な温度制御により，三元共晶温度程度での高温溶体化処理が可能となり，高い力学特性と短時間熱処理が実現できる。

キーワード：流動層炉，溶体化処理，時効処理，力学特性，Al-Si鋳物合金，X線CT

**1. 緒言**

容器に微細な粒子を充填し，容器底部より空気等を吹き込むことで，粒子は流動層状態となる。これを熱処理炉として応用した流動層炉1)は，熱媒体からワークへの熱伝導が良く，炉内温度も比較的均一になる。そのため，ワークの急速昇温や，従来より高い温度での熱処理が実現できる。著者らは，アルミニウム合金の溶体化処理に流動層炉を利用し，熱処理を極限的に高い温度で実施することで，溶体化処理時間の短縮と力学的性質の向上が達成できることを報告した2-4)。また，一般に大気炉などが用いられる時効硬化処理でも，時効温度まで急速昇温することで力学特性が向上することを報告している5)。後者は，低速昇温した場合に生成しその後の時効硬化に寄与しないクラスタの生成が急速昇温により抑制できるためと考察された。

一方，流動層を用いた場合，熱処理は必然的にバッチ式となる。また，溶体化処理のように，高温から直ちに急冷する必要がある場合，炉体の構造上，ワークの取り出し，搬送，冷媒への投入などにある程度の時間がかかるものと懸念される。そこで本研究では，熱処理の効果，水冷までの遅延といった，流動層炉をアルミニウム合金の溶体化処理および時効処理に適用する際の懸念事項を検討する。また，溶体化処理の短時間化，高温化といった長所についても調べ，併せてその実用性を検討する。

**2. 実験方法**

**2.1 試料および熱処理**

供試材は，代表的な亜共晶Al-Si系合金であるAC4CH合金である。溶体化処理および時効硬化処理の両方とも，流動層炉を用いて行った。溶体化処理の時間は15~480分の間，温度は813K，828Kおよび843Kとした。また，試料を流動層から外に出してから水冷するまでの時間を0~45秒の間で変化させた。水冷後，別の流動層炉を用い，433Kで時効硬化処理を行った。また，流動層炉を用いることが材料の力学特性に及ぼす影響を比較により評価するため，溶体化処理に塩浴，時効硬化処理にオイルバスをそれぞれ用いて実験室で熱処理を施した試料を作製し，試験に供した。

一般に，Al-Mg-Si系合金では，溶体化処理後，時効処理開始までに室温ないし比較的低い温度で保持した場合，溶体化処理後，直ちに時効処理を施したものと比べ，力学特性が変化する5)。そのため，本研究では，溶体化処理後，時効処理開始までの時間を10分に統一した。

光学顕微鏡によるミクロ組織写真をFig.1およびFig.2に示す。JISに規定される熱処理時間である813K-480分では，通常そうであるように，シリコン粒子の角が取れて粒状化し，小粒子の消滅と大粒子のOstwald成長が同時に見られる。逆に60分以下では，鋳造のままの角張ったシリコン粒子の形状が保持されている。この場合，基地アルミニウムの塑性流動やクリープ変形をシリコン粒子が拘束する効果が大きいものと期待されるが，反面，粒子の損傷により延性面では逆の効果をもたらす可能性もある。また，溶体化処理温度を570℃までの範囲で高くしても，シリコン粒子の粒状化はより顕著になるものの，共晶融解の痕跡は光学顕微鏡観察の範囲では認められなかった。

**2.2　各種材料試験および評価**

時効硬化曲線を得るため，10mm角の試験片を時効処理中に順次取り出し，ビッカース硬さを測定した。この場合の荷重は98N，保持時間は15秒とした。また，標点間の距離10mm，直径4.5mmの丸棒試験片を用い，引張試験を実施した。歪み速度は0.5mm/minである。標点間の変位は，光学式変位計を用いて計測した。

この他，溶体化処理に伴う試料内部のポアの変化をX線トモグラフィーにより観察した。観察用の試験片は，硬さ試験片から1.4×1.4×10mmに切り出した。SKYSCAN社製 1072型X線トモグラフィー装置を用い，100kV/98Aでドライブする管球を用い，試料を180°回転させる間に0.23°毎に露光時間4.9秒で透過像を取得した。なお，撮影時にはアルミニウムのフィルタ（厚み1mm）を用いた。透過像の画素サイズは，2.28m/pixelである。得られた透過像セットを3D再構成し，視野内の全てのポアをセグメント化して重心座標，体積，表面積を計測した。ポアの直径*d*pは，ポアの体積*V*pから以下の式で求めた。
 (1)
また，球形度*s*pは体積*V*pおよび表面積*A*Pから以下の式で計算した。
 (2)

**3. 実験結果および考察**

**3.1 溶体化処理後水冷までの遅延時間の影響**

流動層炉を用いた溶体化処理後，水冷までの遅延時間を変化させた試料を直ちに時効処理した時の，時効処理中の硬さ変化をFig.3(a)に示す。30秒までの遅延では硬さの有意な低下は見られない。しかし，45秒では全ての時効時間で有意な硬さの低下が見られる。最高硬さに達するまでの時間は，遅延と共に若干短時間側にシフトしているように見受けられる。一方，Fig.3(b)の引張試験結果では，最大引張強さおよび0.2%耐力とも，30秒の遅延で有意な低下が認められる。この場合の最大引張強さおよび0.2%耐力の低下は，それぞれ5%，7%程度とさして大きな値ではない。

引張強度と硬さで遅延時間の影響が若干異なっていたのは，試料と治具の熱容量の比などの実験条件の影響と考えられる。すなわち，比較的小さな試料であれば，治具からの伝熱で温度低下が抑えられ，より長い遅延時間を許容できるものと考えられる。いずれにせよ，硬さ試験および引張試験の結果から，30秒以下の遅延時間であれば，流動層を用いた溶体化処理でも強度・硬さ特性は充分に担保されるものと結論される。この場合，流動層炉から水冷用のバスへの搬送時間がこの程度になるように，熱処理システムを設計することが必要となる。ただし，引張試験で遅延時間の増加とともに延性の低下が徐々に認められたように，延性を特に必要とする重要保安部品などでは，この遅延時間は可能な限り短くすることが望ましいとも言える。

ところで，流動層炉を用いた熱処理で比較的長い遅延時間を許容できることは，炉体の構造と関係している。流動層炉では，大きな熱容量を持つ炉体の上部を解放してワークを吊り上げ，それを水平移動して水冷用のバス上にワークを移動させてからワークをバスに投入する。この間，ワークは炉体や粒子からの輻射熱や吹き上げる熱風によって暖められ続けるため，比較的温度低下が生じにくいものと推察される。

**3.2 溶体化処理時の保持時間の影響**

流動層炉を用いた溶体化処理の保持時間を変化させた時の，その後の時効処理中の硬さ変化をFig.4(a)に示す。15~120分とJIS規格よりかなり短い溶体化時間でも十分な硬さが得られている。一方，480分の溶体化処理では，全ての時効時間でかえって硬さが低下している。Fig.4(b)の引張試験結果では，最大引張強さおよび0.2%耐力とも，15～45分の溶体化処理では不十分と見て取れる。逆に，硬さ試験で見られた480分処理の場合の特性の低下は見られない。また，唯一破断伸び値は，溶体化処理時間の増加と共に単調に上昇し続けている。これは，硬さや強度に強く反映される時効硬化能に加え，2.1節で述べたシリコン粒子の損傷の効果が重畳したものと思われる。

Fig. 5に溶体化処理中のポアの変化を示す。溶体化処理時間の増加と共にわずかにポアが増加し，体積率も増えている。これは，一見材料特性に顕著な影響を及ぼすレベルにはない様に見える。しかし，Fig.6(a)のポアサイズ分布を見ると，10μm程度，ないしはそれ以下の微細なポアの数密度は，60分以上の溶体化処理により1桁ないしはそれ以上増加している。したがって，流動層炉の利用により溶体化処理時間の短縮ができれば，ポアの低減による信頼性向上などが一定の効果が期待できると言って良い。

ところで，引張強度と硬さで溶体化処理時間の影響が若干異なった。これは，遅延時間の場合と同様に，試料と治具の熱容量の比などの実験条件の影響と考えられる。すなわち，比較的小さな試料であれば治具からの伝熱で迅速に溶体化処理温度に達し，溶体化温度での保持時間と在炉時間が近くなる。いずれにせよ，硬さ試験および引張試験の結果から，流動層炉を用いた場合には，JIS規格と比較して1/8以下，小試料や薄肉のワークでは最大で数十分の一の溶体化処理時間に短縮できる可能性がある。ただし，引張試験で溶体化処理時間の増加とともに延性の向上が徐々にではあるが認められたことは，延性を特に必要とする重要保安部品などでは留意する必要がある。

**3.3 高温溶体化処理の可能性**

流動層炉を用いた溶体化処理の温度を変化させた時の，その後の時効処理中の硬さ変化をFig.7(a)に示す。828Kで一旦硬さが向上するものの，843Kでは硬さが逆に低下し，813Kとほぼ同等になっている。Fig.7(b)の引張試験結果では，最大引張強さおよび0.2%耐力とも，やはり828Kで一旦わずかに向上するものの，843Kでは813Kと比べて大幅に低下している。硬さと強度の違いは，硬さ試験が基本的に圧縮基調でポアなどの欠陥の効果がほとんど現れないのに対し，引張試験ではポアなどの欠陥の周囲に局部的に歪みが局在化することでその悪影響が現れやすいためである。また，破断伸びと絞り値は，溶体化処理温度の増加と共にわずかではあるが単調に下降し続けている。

実用アルミニウム合金では，非平衡凝固により凝固後の溶質原子濃度は均一にはならない。そのため，多くの場合，低融点を示す共晶化合物が生成される。また，低濃度のAl-Mg-SiおよびAl-Zn-Mg合金では，偏析がない場合でも生じる別の局所融解機構が報告されている。一般に，アルミニウム合金鋳物の溶体化処理は，これらに起因する共晶融解を避けるため，共晶温度より数10 K以上低い温度で行われる。一方で，あえて共晶温度域ないしはそれ以上で溶体化処理を施し，強度・靭性などの力学的性質の改善や熱処理時間の大幅な短縮を志向する研究もなされている。例えば著者らは，X線トモグラフィーを用い，共晶温度域での溶体化処理によりポロシティが0.2 ％以上，金属間化合物が0.015 %以上を超えると機械的性質が著しく低下すると報告している2)。また，共晶融解によるポアの発生・成長や金属間化合物相の粗大化など負の効果と，材質の均質化や時効硬化能の向上による正の効果の重畳によりマクロな特性が規定されることを示している3,4)。

Fig.8に各溶体化温度に対応するポア性状を3D画像で，またTable 1にこれを定量解析した結果を示す。813Kと828Kではポアに有意な差は認められないが，843Kではポアの粗大化と体積率の1桁程度の増加が認められる。Fig.6(b)のポアサイズ分布を見ると明らかなように，20～80μmの粗大なポアの増加が顕著である。Fig. 7において引張強度と硬さで溶体化処理温度の影響が異なったのは，引張試験ではこのポアの存在による負の効果が強調されるためと考えられる。

総じて，流動層を用いることで，従来の溶体化処理温度より10～20℃程度高い温度での高温溶体化処理が実現できる可能性が示された。ただし，引張試験で溶体化処理温度の増加とともに延性の低下が徐々に認められたことには，一定の注意が必要である。

**3.4 流動層炉を用いた熱処理の総合評価**

流動層炉を用いた熱処理と塩浴・オイルバスを用いた実験室での熱処理の比較をFig. 9に示す。硬さ，強度，延性いずれの場合も両者に有意な差は認められない。したがって，急速昇温と温度の正確な保持，温度低下などのロスのない水冷処理などいずれの観点でも，流動層炉を用いた溶体化処理・時効処理は高い効率で熱処理を実施でき，その材料で得られる最大の材料特性を担保できると結論して良い。

**4. 結言**

熱処理の効果，水冷までの遅延といった，流動層炉をアルミニウム合金の溶体化処理および時効処理に適用する際の懸念事項や，溶体化処理の短時間化，高温化といった流動層炉の利用によって期待される点について調べ，併せて流動層炉の実用性を検討した。

流動層炉を用いた熱処理により，急速昇温が可能な従来の塩浴（溶体化処理）・オイルバス（時効硬化処理）の組み合わせと比較しても同等の材料特性が得られる。流動層炉でも，溶体化炉からワークの取り出し後，20～30秒程度以内に水冷すれば，材料特性の低下は見られない。許容される遅延時間は，厳密にはワークのサイズによって決まる。また，溶体化処理時間を60分程度以下に短縮することが可能で，ワークのサイズや厚みによっては，15分の短時間でも高い材料特性が得られる。そのため，同時にポアの成長を抑制することができる。これに加え，流動層炉を用いた精密な温度制御により，三元共晶温度程度での高温溶体化処理が可能となり，高い力学特性と短時間熱処理が実現できる。高温で粗大化するポアの負の効果は，828Kまでは限定的であり，高温溶体化処理の実用性が示唆された。

**謝辞**

本研究の実験に協力された豊橋技術科学大学大学院生星野弘樹君，水谷京平君に感謝します。また，この研究は，公益財団法人静岡県産業振興財団および浜松ヒートテック株式会社の助成によるものであることを記して感謝する。

**参考文献**

1) 森知成：熱処理，37（1997），161–167.

2) 入之内豊，戸田裕之，酒井崇之，小林俊郎，王　磊：軽金属，55（2005），159–163.

3) T. Nishimura, H. Toda, M. Kobayashi, T. Kobayashi, K. Uesugi and Y. Suzuki: Int. J. Cast Met. Res., 21（2008）, 114–118.

4) H. Toda, T. Nishimura, K. Uesugi, Y. Suzuki and M. Kobayashi: Acta Materialia, 58(2010),2014-2025

5) 戸田裕之，本江真之，角海和宏，中山栄浩，小林正和，小林俊郎，軽金属　第59 巻第10 号（2009），569–575

Caption List

Fig. 1 Optical microscope photo which indicates the change in Si particle shape depending on time of solid solution treatment from 120 minutes to 480 minutes by fluidized bed furnace.

Fig. 2 Optical microscope photo which indicates the change in Si particle shape depending on temperature of solid solution treatment by fluidized bed furnace.

Fig. 3 Effect of time delay between solid solution treatment and water cooling on mechanical properties in fluidized bed furnace.

Fig. 4 Effect of solid-solution treatment time on mechanical properties in fluidized bed furnace.

Fig. 5 Changes in size and volume fraction of pores during solid-solution treatment by fluidized bed furnace.

Fig. 6 Effects of time and temperature on distribution of pore size in solid-solution treatment by fluidized bed furnace.

Fig. 7 Effect of solid-solution treatment temperature on mechanical properties in fluidized bed furnace.

Fig. 8 3D observation of pore properties depending on time of solid-solution treatment by fluidized bed furnace.

Fig. 9 Comparison of mechanical properties in the sample that is heat-treated with fluidized bed furnace and mechanical properties in the sample that is heat-treated with salt-bath and oil-bath.

Table 1 Effect of solid-solution treatment temperature on pore properties in fluidized bed furnace. Average diameter, number density, sphericity and volume fraction of pore obtained by quantitative analysis are listed.

キャプションリスト

Fig. 1 流動層炉による溶体化処理の時間を120min～480分と変化させたときのSi粒子の形状変化を示す光学顕微鏡写真

Fig. 2 流動層炉による溶体化処理の温度を変化させたときのSi粒子の形状変化を示す光学顕微鏡写真

Fig. 3 流動層炉による溶体化処理後，水冷までの遅延時間が力学的性質に及ぼす影響

Fig. 4 流動層炉による溶体化処理時間が力学的性質に及ぼす影響

Fig. 5 流動層炉を用いた溶体化処理中のポアのサイズ，体積率の変化

Fig. 6 流動層炉を用いて溶体化処理の時間と温度がポアサイズの分布に及ぼす影響

Fig. 7 流動層炉による溶体化処理の温度が力学的性質に及ぼす影響

Fig. 8 流動層炉を用いた溶体化処理における温度依存するポア性状の3D観察

Fig. 9 流動層炉を用いて熱処理した試料の力学的性質と塩浴・オイルバスで熱処理した試料の力学的性質の比較

Table 1 流動層炉を用いた溶体化処理の温度がポア性状に及ぼす影響。定量解析によるポアの平均直径，数密度，球形度，体積率が示されている。