

# 一方向凝固した Al-Si 合金における デンドライト分離欠陥の形態, 分布と材料特性について。

大 島 聡 範\*・林 忠 夫\*\*・田 中 義 勝\*\*\*

## Mechanical Properties and Morphology of Interdendritic Separation Defects in Unidirectionally Solidified Al-Si Alloy Ingots

Toshinori Ohshima, Tadao Hayashi and Yoshikatsu Tanaka

### Abstract

Effects of morphology and distribution of interdendritic separation defects on the mechanical properties of unidirectionally solidified Al-Si alloy ingots were studied by notch bend test and scanning electron microfractography.

The results are summarized as follows.

- (1) Bending strength and absorbed energy were decreased linearly with increasing area fraction of defects  $R_s$  in fractured surface.
- (2) Defect shape factor  $\tau$  was suitably introduced to correct  $R_s$  for large aspect ratio of the defect.
- (3) Difference in defect morphology between Al-1%Si and Al-3%Si alloy was explained using solid-liquid co-existing zone model associated with difference in initial solute concentration during solidification.

### 1. 結 言

鑄造合金の材料特性を支配する主要因は、凝固過程で発生する各種の欠陥であり、それらは凝固収縮を補填すべき溶湯補給の不足, すなわち給湯性の制約によってもたらされる<sup>(1)</sup>。

凝固過程で固相率が増加すれば、デンドライト間における液相の流動抵抗は増大し、その流動を駆動する負圧の増大をもたらし、それがある限界を越えると気孔が発生する<sup>(2)</sup>。凝固の最終段階で、デンドライト側枝に沿って形成される気孔をデンドライト分離欠陥と呼び、この欠陥の量および形態は材料特性を基本的に支配するものである。

著者らはすでに、各固相率段階から急冷した Al-3%Si 合金の小鋳塊について、気孔欠陥の生成形態を調べ、固相率と給湯性の関係にもとづいて凝固欠陥の形成機構を明らかにした<sup>(1)</sup>。

本報では、Al-1%Si 合金および Al-3%Si 合金の一方向凝固材について、気孔欠陥の量および分布形態が材料特性におよぼす影響を明らかにすることを目的として検討した結果を報告する。

### 2. 実 験 方 法

実験材料としては、Al-3 mass%Si 合金および Al-1 mass%Si 合金を用いた。Fig. 1 に一方向凝固の実験装置を示す。鋳型は内径 52 mm, 高さ 220 mm のイソライトレンガ製で、頭部にはヒーターで加熱した押湯を、底部には鋼製のチルブロックを設置して、一方向凝固を行なった。凝固後の鋳塊を長手方向に 10 mm 間隔で切断し密度測定を行なったのち、Fig. 2 に示す寸法形状の試験片を作成して、スパン 30 mm の三点曲げ試験を行ない、曲げ強さと吸収エネルギーを求めた。

破面上に占める気孔欠陥の面積を測定して欠陥率  $R_s$  を求め、また欠陥の寸法も測定した。気孔率  $R_p$  は密度から計算した欠陥の体積率として求めた。なお、これらの方法は前報<sup>(1)</sup>と同様である。

\* 教 授 機械工学科

\*\* 技 官        "

\*\*\* 助教授       "

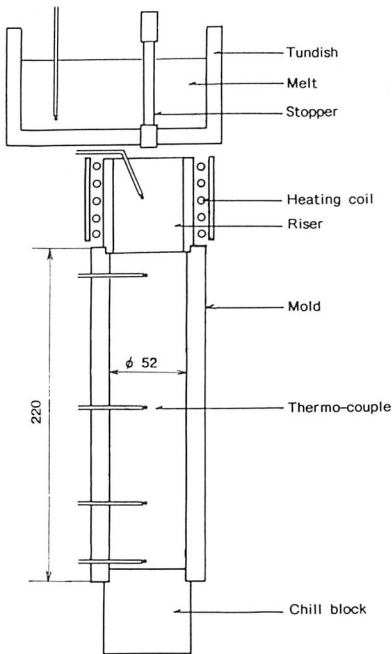


Fig. 1 Experimental apparatus for unidirectional solidification.

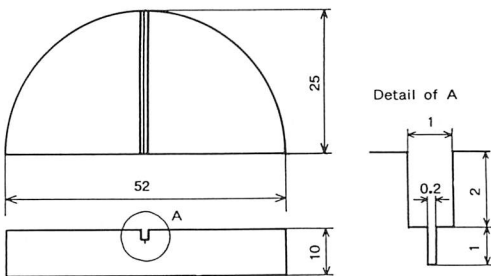


Fig. 2 Bending test specimen.

また、予備実験の結果から、冷却端から 120 mm 以上離れると、押湯の影響で凝固条件が変わることがわかったので、実験値としては冷却端から 120 mm 以内のものを採用した。

### 3. 実験結果および考察

#### 3. 1 マクロ組織と材料特性

Fig. 3 は鋳塊のマクロ組織を示す。Al-1%Si 合金では、冷却端から熱流方向に沿って柱状晶が発生し、次第に成長して全体が方向性を持った柱状晶組織となっている。これに対して、Al-3%Si 合金では、冷却端に近いところでは柱状晶組織であるが、冷却端から離れるにつれて肥大晶から

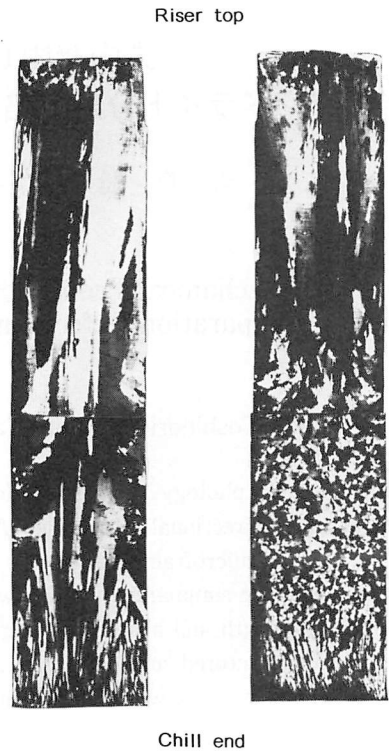


Fig. 3 Macro structure of unidirectionally solidified ingots.

等軸晶へと変化している。同一の凝固条件にもかかわらず、Si 量の相違によってこのように結晶形態が異なることは注目すべき現象である。これは凝固現象の根本に関わる問題を含むと考えられるが、本実験の範囲内ではこれを解明することは難しい。よって、本報では凝固組織および欠陥と材料特性の關係に主眼を置いて検討を行なった。

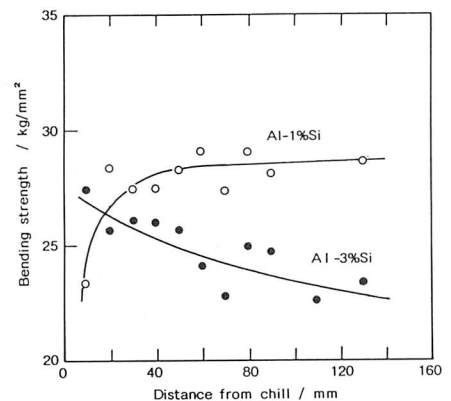


Fig. 4 Change in bending strength with increasing distance from chill.

Fig. 4 は鋳塊の冷却端からの距離に対する曲げ強さの変化を示す。Al-1%Si 合金では冷却端で最も低く、急激に増加したのち、ほぼ一定となる。これに対して、Al-3%Si 合金では、冷却端で最も高く、距離の増加とともに連続的に低下している。このような変化傾向は Fig. 5 の吸収エネルギーの場合においてもほぼ同様であり、冷却端からの距離に対する材料特性の変化において、Al-1%Si 合金と Al-3%Si 合金では、ほぼ正反対の対照的な傾向を示す。

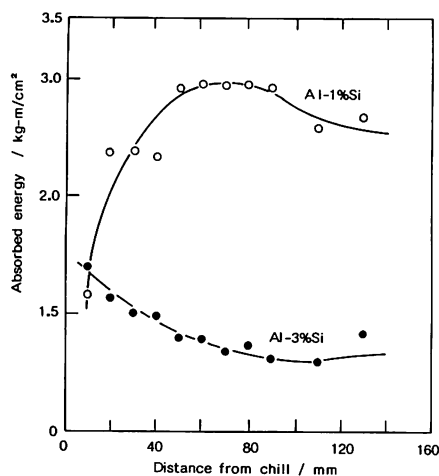


Fig. 5 Change in absorbed energy with increasing distance from chill.

### 3. 2 冷却端からの距離と組織および欠陥

Fig. 6, Fig. 7 および Fig. 8 は冷却端からの距離に対するデンドライト二次アームスペーシング  $d$ 、気孔率  $R_p$  および分離欠陥率  $R_s$  の変化を示す。Fig. 6 の  $d$  は Al-1%Si 合金および Al-3%Si 合金の両者ともに、冷却端からの距離とともに、ほぼ連続的に増加している。全区間にわたって Al-3%Si 合金の方が高い値を示すのは、柱状晶から肥大晶さらに等軸晶へと結晶形態が変化していることによるものと思われる。Fig. 7 の  $R_p$  は、Al-1%Si 合金では Fig. 6 の  $d$  と同様に冷却端から遠くなるにつれて連続的に増加している。また Al-3%Si 合金では、冷却端から 70 mm 附近までの間で急激に増加したのち、100 mm 以上で減少に転じているが、全体の傾向は Fig. 6 の  $d$  と同様である。Fig. 8 の  $R_s$  では、Al-1%Si 合金は冷却端で最も高く、距離とともに連続的に減少する。これに対して、Al-3%Si 合金は、冷却端で最も低く、60 mm 附近にかけて急激に増加したのち、ほぼ一定となる。この  $R_s$  の

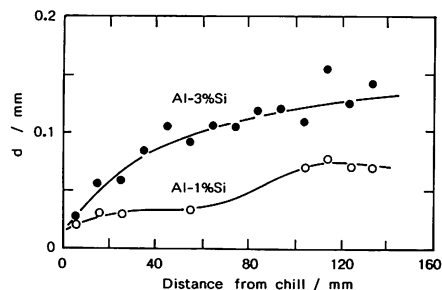


Fig. 6 Change in secondary dendrite arm spacing with increasing distance from chill.

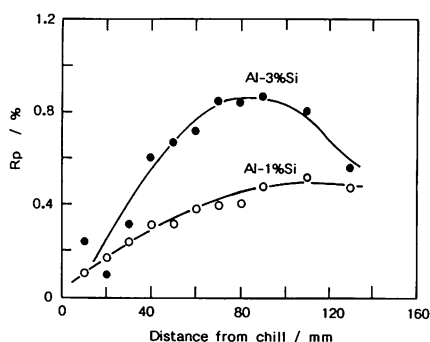


Fig. 7 Change in porosity with increasing distance from chill.

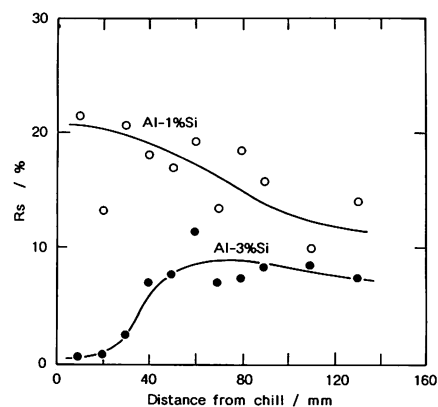


Fig. 8 Change in area defectivity with increasing distance from chill.

変化傾向を Fig. 7 の  $R_p$  の変化傾向と比較すれば、Al-3%Si 合金ではほぼ同様の傾向であるのに対して、Al-1%Si 合金では全く反対の傾向を示している。気孔率  $R_p$  は、試験片中の欠陥の体積分率であり、分離欠陥率  $R_s$  は、破断面上における欠陥の面積分率であるから、一般的には  $R_p$  と  $R_s$  は相関関係にあると考えられるが、Fig. 8 の結果は、Al-1%Si 合金においては、この関係が成立

しないことを示すものである。

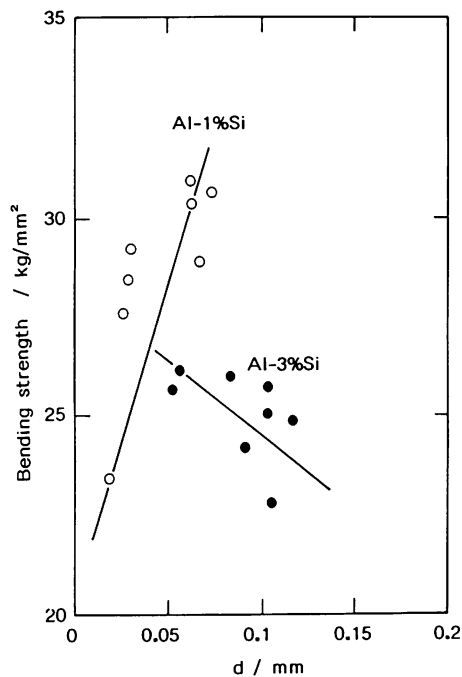


Fig. 9 Relationship between dendrite arm-spacing and bending strength.

### 3. 3 凝固組織要因と材料特性

Fig. 9 および Fig.10 は、デンドライト二次アームスเปーシング  $d$  に対する曲げ強さおよび吸収エネルギーの関係を示す。Al-3%Si 合金では、 $d$  の増加にともなう、曲げ強さ、吸収エネルギーともに減少している。一方、Al-1%Si 合金では、 $d$  のわずかな増加に対して、曲げ強さおよび吸収エネルギーともに大幅に増加している。Fig.11 および Fig.12 は気孔率  $R_p$  に対する曲げ強さおよび

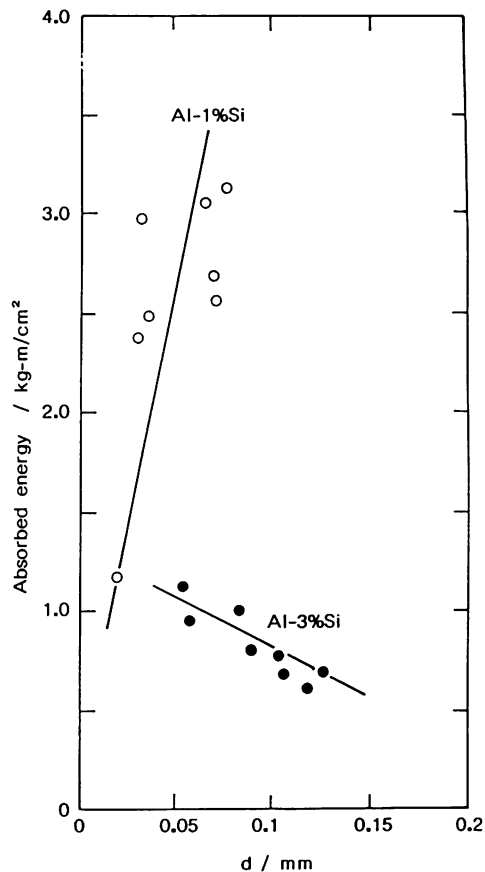


Fig. 10 Relationship between dendrite arm-spacing and absorbed energy.

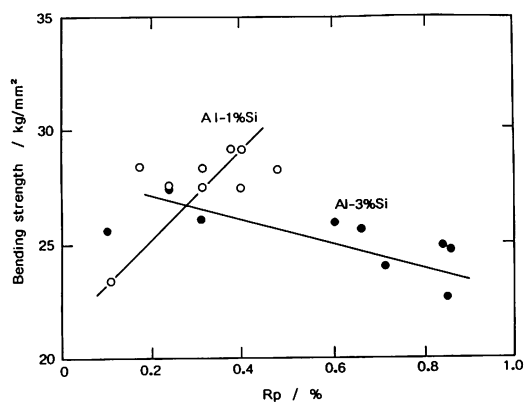


Fig. 11 Relationship between porosity and bending strength.

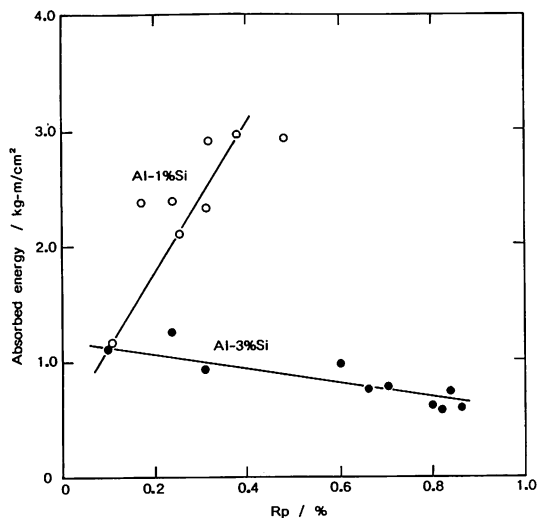


Fig. 12 Relationship between porosity and absorbed energy.

吸収エネルギーの関係を示すが、Fig.9 および Fig.10 とほぼ同様の傾向であり、気孔率の増加につれて Al-3%Si 合金では、吸収エネルギーが減少するのに対して、Al-1%Si 合金では増加している。

一般に、デンドライトアームスペーシングの増加および気孔率の増加は、材料特性を低下させる要因と考えられているので、Al-1%Si 合金における上述の傾向は極めて特異であり、材料特性と  $d$  および  $R_s$  の関係は常識に反する結果を示している。

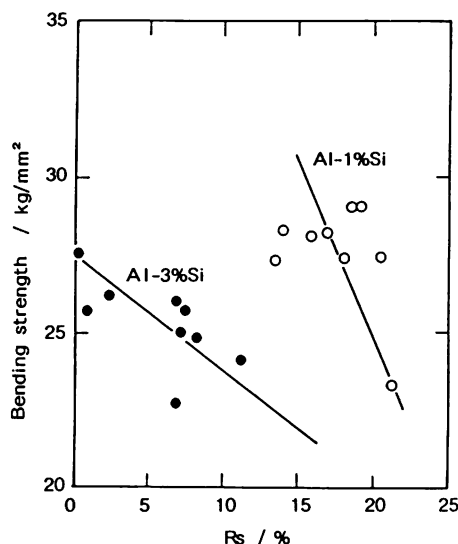


Fig. 13 Relationship between area defectivity and bending strength.

Fig.13 は分離欠陥率  $R_s$  に対する曲げ強さの関係を、Fig.14 は  $R_s$  に対する吸収エネルギーの関係を示す。Al-1%Si 合金および Al-3%Si 合金の両者とともに、 $R_s$  の増加にともなって曲げ強さおよび吸収エネルギーが減少しており、ここにおいて両者の材料特性の変化傾向ははじめて一致する。以上の結果より、Al-1%Si 合金および Al-3%Si 合金の材料特性は、デンドライト分離欠陥率  $R_s$  によって統一的に整理することができる。

### 3. 4 欠陥形態と材料特性

Fig.15 は破断面の SEM 写真を示す。Al-1%Si 合金では、冷却端から 10 mm 附近までは柱状晶に沿った方向性が明瞭に現われており、柱状晶の境界面に細長い形状のデンドライト分離欠陥が多数存在する。冷却端から遠くなるにつれて欠陥

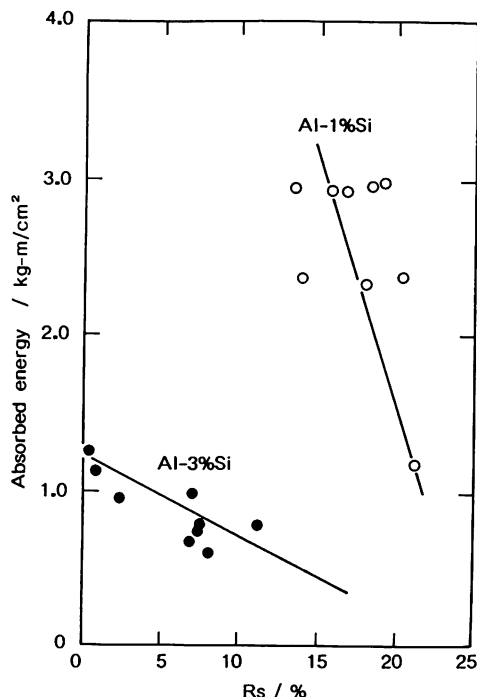


Fig. 14 Relationship between area defectivity and absorbed energy.

の形状は多角形状となるが、破面の凹凸が激しく、変形が著しい。Al-3%Si 合金では、冷却端附近で微細な延性破面であり、欠陥はほとんど存在しない。冷却端から離れるにつれて組織はやや粗大化し、欠陥があらわれてくるが、その形態は等軸晶境界に沿った空洞状のものが多い。破面の凹凸は Al-1%Si 合金の欠陥は細長く扁平な形態であるのに対して、Al-3%Si 合金の欠陥は多角形状で空洞状の形態であるといえる。

Fig.16 はこのような SEM 写真をもとに、鑄塊全体について欠陥形状をトレースして示したものである。Al-1%Si 合金では冷却端の柱状晶域で、すでに細長い欠陥が多数存在し、冷却端から離れるにつれて、多角形状に変化してゆくが、その数はほとんど変わらない。Al-3%Si 合金では、冷却端附近では欠陥はほとんど存在せず、冷却端から離れるにつれて、数、大きさともに増加してゆくが、Al-1%Si 合金とくらべて数は少なく、その形状はほとんど多角形状である。このように Al-1%Si 合金は Al-3%Si 合金とくらべて欠陥の数が多く、寸法も大きい。特に注目すべきは、冷却端附近における細長い形状の欠陥である。

Fig.13 および Fig.14 において材料特性を分離欠陥率  $R_s$  で統一的に整理できたが、データのば

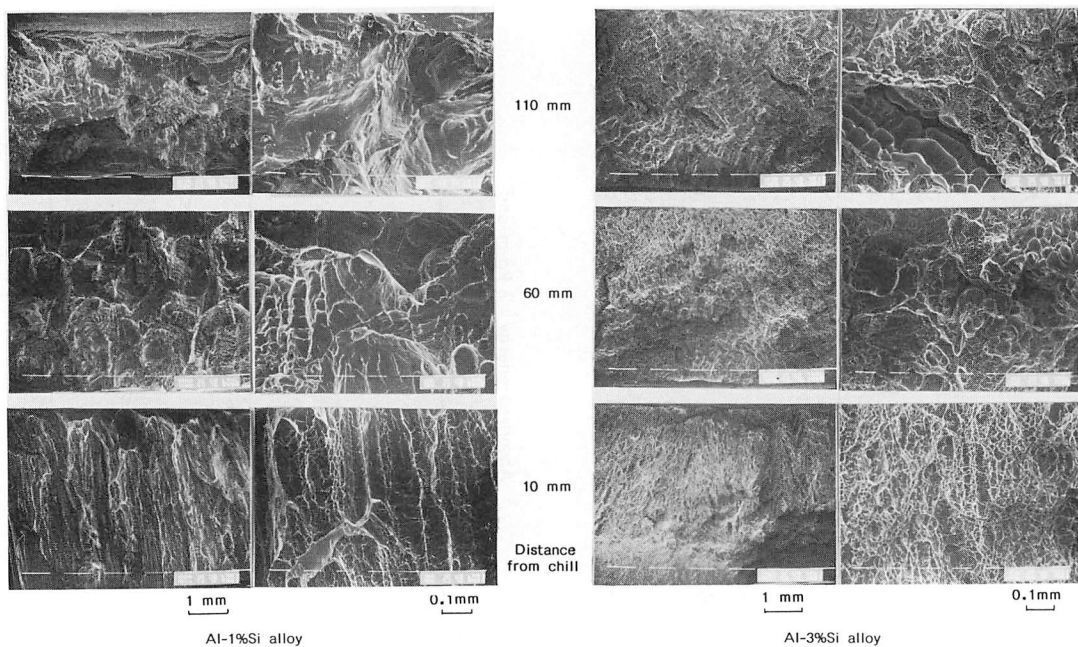


Fig. 15 SEM micro-fractographs of fractured surface of specimens.

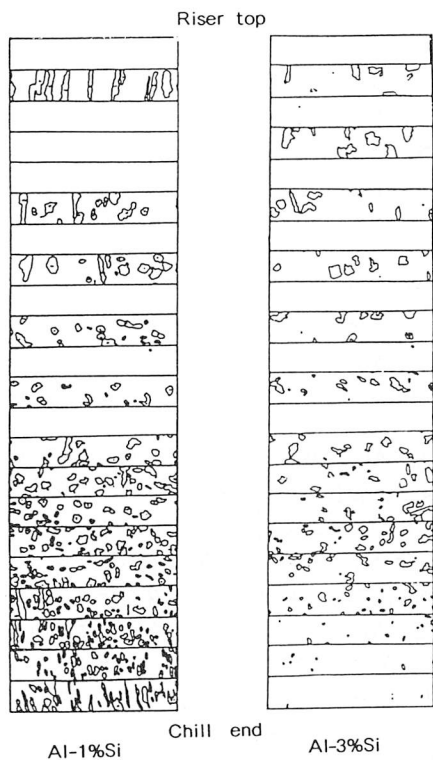


Fig. 16 Sketches of inter-dendritic separation defects in unidirectionally solidified ingots.

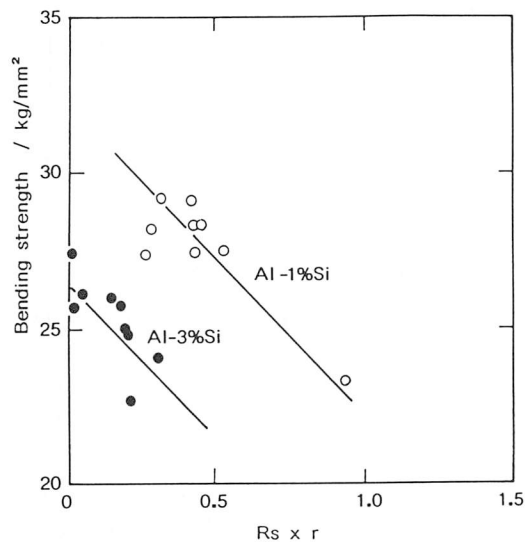


Fig. 17 Relationship between bending strength and area defectivity  $R_s$  multiplied by defect shape factor  $r$ .

らつきのやや大きいことは否定し得なかった。この原因として、上述のような欠陥形状の特異性があると考えられる。すなわち、このような細長くアスペクト比の大きな欠陥に対しては、その実面積のみによる評価は必ずしも適当ではなく、その形状に関連する因子を含めた方法で評価し直す

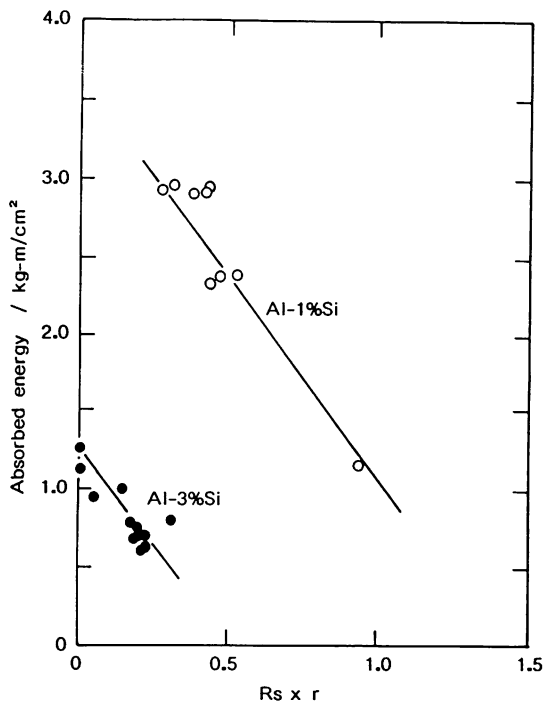


Fig. 18 Relationship between absorbed energy and area defectivity  $R_s$  multiplied by defect shape factor  $r$ .

ことが必要であろう。この種の欠陥は一般に外接する楕円で近似される<sup>(3)</sup>が、この評価法は平面状欠陥の面に垂直な引張り応力によってき裂が進展する場合を想定したものである。しかし、本実験の欠陥にはアスペクト比の非常に大きなものがあり、また、試験方法も切欠き曲げで欠陥の長手方向に沿って破断を生じている。これらを考慮すると外接楕円による近似法は必ずしも適当ではない。そこで次の方法によって  $R_s$  の値を補正した。すなわち、欠陥の長手方向の最大寸法を  $l_1$  として、それと直角な方向の最大寸法を  $l_2$  とする。 $l_1$  と  $l_2$  の比  $r = l_1/l_2$  を欠陥形状係数として、 $R_s \times r$  をもって欠陥率  $R_s$  の補正值とする。Fig.17 および Fig.18 は  $R_s \times r$  と曲げ強さおよび吸収エネルギーの関係を示す。Al-1%Si 合金および Al-3%Si 合金のいずれにおいても、ばらつきの少ない良好な直線関係が得られ、また両者についての直線の勾配はほとんど等しい。したがって、欠陥形状係数  $r$  を用いることによって、材料特性に対する欠陥形状の影響を補正し、統一的な評価を行うことができる。

### 3. 5 欠陥形態と凝固機構

Fig.7 および Fig.8 において、Al-1%Si 合金の気孔率  $R_p$  と欠陥率  $R_s$  が全く反対の変化傾向を示すことについて触れたが、これは、Al-1%Si 合金の欠陥形態によるものと考えられる。Fig.15のSEM写真からわかるように、Al-1%Si 合金では、欠陥は柱状晶の境界に存在しており、とくに冷却端附近の欠陥は、その分離面間隔は極めて狭く、ほとんど密着状態に近いものと考えられる。このような場合、欠陥の体積は面積とくらべて非常に小さくなるので、 $R_p$  と  $R_s$  の対応関係は成り立たない<sup>(4)</sup>。これに対して、Al-3%Si 合金では、欠陥のほとんどが等軸晶の境界面に存在しており、分離欠陥面の間隔は比較的大きく、空洞状となっているものが多い。このような場合は、欠陥の体積と面積の間には相関関係が成立し、 $R_s$  と  $R_p$  は対応する。

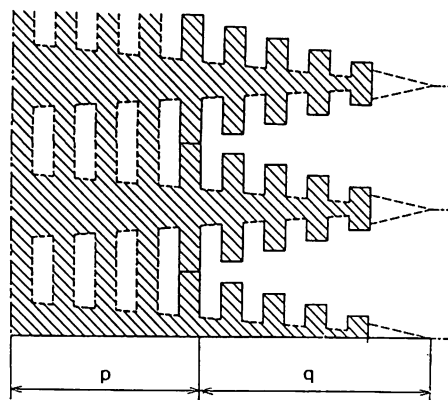
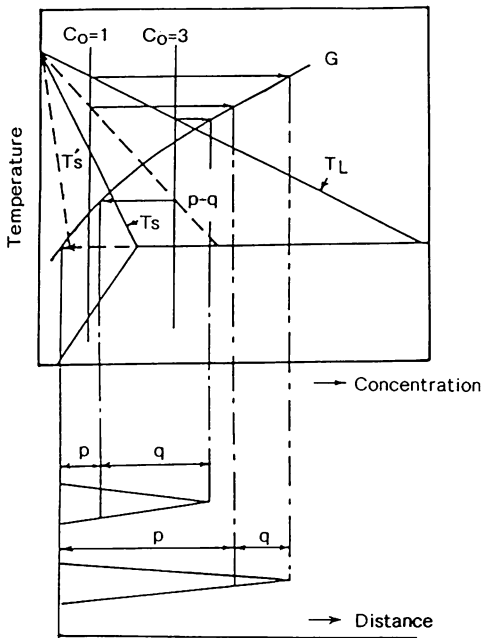


Fig. 19 Schematic representation of solid-liquid co-existing zone.

以上のように Al-1%Si 合金と、Al-3%Si 合金では気孔欠陥の形成形態が非常に異なっているが、これは、凝固過程における凝固遷移層<sup>(4)</sup>の形態と、平衡状態図にもとづく初期溶質濃度の関係から説明される<sup>(5)</sup>。Fig.19は凝固遷移層の模式的表現であり、全遷移層は p 層と q 層に区別される。p 層は固相中に液相が分散した状態であり、液相中の溶質は固相に妨げられて層外へ移動は阻止される。q 層は液相中に固相が分散した状態で、液相中の溶質は層外の母液に向ってある程度移動することができる。Fig.20は初期溶質濃度と凝固遷移層長さの関係を模式的に示す。G は温度勾配、 $C_0$  は初期溶質濃度、 $T_L$ 、 $T_S$  は液相線および固相線であり、 $T_S$  は実際の凝固終了温度である。これより、凝固遷移層における p 層および q 層の長さ



**Fig. 20** Schematic illustration for relation between initial solute concentration and morphology of solidification zone in nonequilibrium solidification.  
 $G$ : Temperature gradient.  
 $C_0$ : Initial solute concentration.  
 $T_L$ : Liquidus  
 $T_s$ : Solidus  
 $T_s$ : Actual temperature of solidification end.

は、初期溶質濃度  $C_0$  すなわち Si 量によって異なることがわかる。Si 量の多い Al-3%Si 合金では、q 層は p 層とくらべて長く発達するので、欠陥は液相の流動性の大きい低固相率の q 層段階で発生し、その形態は空洞状となる。一方、Al-1%Si 合金においては、q 層に対して p 層が長く発達するので、欠陥の発生は高固相率の p 層段階で生ずる。この場合、欠陥は柱状デンドライトの境界面に残留する薄膜状の液相内において形成されるので、その面間隔は極めて狭く、扁平で細長い形態となる。このように、p 層幅の大きい合金系においては、扁平なき裂欠陥が発生し易いので、凝固過程での casting crack や、凝固後の熱間割れはもとより、一般に材料強度特性の低下を生じる危険性が大きいことに注意する必要がある。これに関連して、Al-Si 系合金の casting crack 感受性が、0.5~1.0%Si の範囲内で最大となることが報告されている。<sup>(6)</sup> これは、Al-Cu、Al-Mg および Al-Zn 系においても同様であり<sup>(7)(8)</sup>、本実験の結

果と一致するものである。

また、Fig.17 および Fig.18 において Al-1%Si 合金の材料特性は Al-3%Si 合金のそれを上回っており、欠陥率  $R_s$  の値からみれば予期に反する結果となった。これは、Al-1%Si 合金では、破壊の発生進展の経路となる脆い共晶 Si の量が少なく、マトリックスの  $\alpha$  相の延性が非常に大きいので、欠陥量および形態によるマイナス要因がカバーされたことによるものと考えられる。

終りに、試験鋳塊の作製をはじめとして種々御指導いただいた、北海道大学工学部金属工学科、高橋教授、大笹助手に深く感謝の意を表する。

#### 4. 結 言

Al-1%Si 合金および Al-3%Si 合金の一方向凝固鋳塊を用いて、凝固組織および気孔欠陥と、材料特性の関係を検討し、次の結果を得た。

- (1) Al-1%Si 合金は全体が方向性のある柱状晶組織となり、全面にわたって欠陥が発生して、特に細長く扁平なき裂状の欠陥が多かった。
- (2) Al-3%Si 合金は冷却端からの距離にもなっており、柱状晶から肥大晶、等軸晶へと変化し、それにとまって空洞状の欠陥が増加した。
- (3) 欠陥と材料特性の関係は、破面上の欠陥面積率  $R_s$  に欠陥形状を考慮した因子を導入することによって良く整理された。
- (4) Al-1%Si 合金と Al-3%Si 合金の欠陥形態の相違は、合金の凝固過程における初期溶質濃度と、凝固遷移層の形態にもとづいて説明される。

#### 文 献

- (1) 大島聡範, 李万林, 高橋忠義: 日本金属学会誌, 48 (1984), 823.
- (2) 高橋忠義, 大笹憲一, 望月亮輔: 北海道大学工学部研究報告, 110 (1982), 81.
- (3) ASME Boiler and Pressure Vessel Code Section XI Appendix A (1977).
- (4) 高橋忠義, 萩原巖: 日本金属学会誌, 29 (1965), 1152.
- (5) 大笹憲一, 大島聡範, 高橋忠義: 日本金属学会春期大会講演概要, (1983) 303.
- (6) W. I. Pumphery and J. V. Lyons: J. Inst. Metals, 73 (1947), 439.
- (7) 磯部俊夫, 久保田昌男, 北岡山治: 鋳物,

50 (1978), 425.

- (8) 高橋忠義, 工藤昌行, 市川例: 日本金属学会誌,  
44 (1980), 1089.

(昭和 60 年 12 月 3 日受理)

