急冷凝固した種々のアルミニウム二元合金の 微細組織について

永田 明彦*・エールシュレーゲル ディトリヒ*・和泉 修*

Microstructures of rapidly solidified aluminum alloys.

UDC 669.715-14: 548.23

NAGATA Akihiko*, Dietrich OELSCHLÄGEL* and IZUMI Osamu*

Al-Fe, Al-Sn, Al-Cu, Al-Zn and Al-Zr binary alloys of various concentrations were rapidly solidified from melt into foil form. The microstructures of these alloys were studied with respect to the origin and arrangement of dislocations.

Cell boundaries could be classified into three types with respect to the dislocation arrangement as reported in our previous work¹⁾; and a new type was found in Al-Sn alloys.

The origin of dislocations could be explained by the theory that it would be resulted from the constitutional stress on the cell boundaries due to solute segregation. Consequently, the highest dislocation density was found in the alloys, where the difference of atomic radii between solvent and solute atoms was great and the difference of solute concentrations between on the boundary and in the interior of cells was also great. The second mechanism for the origin of dislocations would be prismatic punching, which was observed at large secondary phase particles.

(Received Aug. 11, 1970)

1. 緒 言

金属および合金の凝固組織のうち、溶質の偏析に基づくセルあるいはデンドライト組織などの成因は近年明らかになってきた¹⁾が、これらの組織と転位の発生、分布および配列などに関連した凝固微細組織を調べた研究はきわめて少ない。著者らは先に、Al-Si, Al-Mn, Al-Mg および Al-Ag 合金の急冷凝固組織を電子顕微鏡で観察した結果を報告している²⁻⁴⁾。そこでは主にセル境界と転位配列との関係を調べ、転位の分布配列および溶質原子の偏析に関連して三種類の型のセル境界が現われることを示した⁴⁾。すなわち、それらは

- (I) 転位の存在しない溶質偏析だけのセル境界
- (II) もつれた転位の連なる溶質偏析のあるセル境界
- (III) 共晶晶出物が多量に現われ、さらに亜粒界も連なっているセル境界

であつた。さらに転位発生に関しては、溶質の偏析による格子歪を緩和するための機構^{5,6)}が一番有効であり、溶質原子によるアルミニウム格子常数変化 (da/dc) が大きく、かつアルミニウム固溶体中での偏析の大きい Al-Mg 合金で多量の転位発生が観察された⁴⁾。

本研究では、これらの結果をさらに確実にするために、

先の実験で調べなかつた固溶限の小さい合金系を含め 5 種類のアルミニウム二元合金を選んだ。すなわち、アルミニウム中の固溶限の小さい合金として Al-Sn および Al-Fe 合金、固溶限および da/dc がともに大きい Al-Cu 合金、固溶限は大きい da/dc の小さい Al-Zn 合金および分配係数が 1 より大きく偏析が小さいと考えられる Al-Zr 合金である。

2. 実験方法

実験に使用した材料の合金濃度を **Table 1** に示す。これらの合金を公称純度 99.999% アルミニウムを基にし 99.97% 電解鉄, 99.9% ずず, 電解銅および亜鉛, および 99.7% ジルコニウムを添加してグラファイトるつぽで溶製した。不純物は Al-Fe 合金では 0.002% Si, および 0.001% Cu, Al-Cu 合金では 0.002% Si, および 0.002% Fe であり、その他の合金では 0.002% Si, 0.002% Fe, および 0.001% Cu であつた。急冷凝固方法は約 5 g の合金を底に穴のあいた高純度グラファイトるつぽ内でアルゴンガス吹きつけの雰囲気中で溶解し、約 70 cm 下のドライアイスで冷却した厚さ 1 cm の銅板上に落した⁴⁾。Al-Zr 合金以外の材料では、溶湯の温度は 750°C であつた。Al-Zr 合金では液相線の 50°C 上に溶湯の温度をとつ

* 東北大学金属材料研究所 (仙台市) The Research Institute of Iron, Steel (Sendai)

た。このようにしてえた厚さ約 0.2 mm の箔状の試料を両面より 1 : 6 過塩素酸-エチルアルコール溶液で電解研磨し、組織観察を行なった。光学顕微鏡観察は Keller 氏溶液で腐食して行なった。電子顕微鏡観察は JEM 6A 電子顕微鏡を用い、加速電圧は 100 kV で行なった。さらに、セル境界での偏析を調べるため、X線マイクロ

アナライザを用い、セル境界を横切つて走査し、偏析の度合を調べた。

3. 実験結果

3.1 光学顕微鏡組織観察

光学顕微鏡組織は、全体的には Al-Mn および Al-Si 合金など^{3,4)}と同様、一つの結晶粒は主デンドライトとそのまわりの細かいセルあるいはデンドリティックセルにわかれている。電子顕微鏡では、主として後者を観察したので、光学顕微鏡組織もこの個所について述べる。本報告では、第二相粒子の晶出しやすい合金系である Al-Fe 合金を中心に述べる。

Al-Fe 合金では、低 Fe 濃度でもデンドリティックセル組織を示した (Photo. 1)。Al-0.005%Fe 合金は Photo. 1(a) のごとく、大きなデンドライトと細かいセル組織を示し、これは純アルミニウムの組織ときわめて類似している。しかし、0.01% Fe になると Photo. 1(b) のごとくあらいデンドライト組織となる。このような現象は Al-Si 合金においても観察された⁴⁾。さらに Fe 濃度が増すと Photo. 1(c) および 1(d) に示すごとく主デンドライトの形状およびその配列は規則的となる。0.1% 以下の Fe 濃度の合金では、主デンドライトのまわりの細かいデンドリティックセルは腐食してもその境界は連続的にならないが、0.3% では連続的に腐食さ

Table 1 Chemical compositions of Al-binary alloys

Al-Fe		Al-Sn	
material	wt%	material	wt%
0.005Fe	0.005	0.1Sn	0.10
0.01 Fe	0.009	0.5Sn	0.50
0.025Fe	0.026	1 Sn	0.97
0.05 Fe	0.051	Al-Zn	
0.1 Fe	0.098	material	wt%
0.3 Fe	0.273	1 Zn	0.97
Al-Cu		3 Zn	3.0
material	wt%	6 Zn	6.1
0.1 Cu	0.08	Al-Zr	
0.25 Cu	0.28	material	wt%
0.5 Cu	0.52	0.1Zr	0.08
1 Cu	1.02	0.3Zr	0.24
2 Cu	2.02	0.8Zr	0.80
4 Cu	3.83	1.2Zr	1.19

(a) 0.005%Fe,

(b) 0.01%Fe,

(c) 0.05%Fe,

(d) 0.3%Fe

Photo. 1 Dendritic cell structures in Al-Fe alloys. ($\times 130$)

Photo. 2 Dendritic cell structure in Al-2%Cu alloy. ($\times 130$)

れる。これは第二相粒子の現われ方に関連し、Al-0.3% Fe 合金では、第二相粒子がきわめて細かくデンドリティックセル境界に晶出していることによる。

Photo. 2 は Al-2%Cu 合金の細かいデンドリティックセル組織である。Al-Cu 系では、0.1%Cu は比較的規則正しいセル組織を示すが、0.25%Cu 以上ではデンドリティックセル組織を示す。

Al-Zn 系では、Al-1%Zn 合金は規則的なセル組織を示すが、局部的に強く腐食される個所が現われる。このような傾向は Al-Mg および Al-Ag 合金でも観察され⁴⁾、セル境界とセル結合点での偏析の度合に大きな差があるためと考えられる。**Photo. 3** は Al-3%Zn 合金のデンドリティックセル組織である。

Al-Zr 合金では、0.8% Zr までは、**Photo. 4(a)** に示すごとく、丸味を持った形状の主デンドライトとそのまわりの細かいセル組織を示し、純アルミニウムに近い組織で、各結晶粒は大きい。しかし各結晶粒ごとの腐食性がきわめて異なつた。**Photo. 4(b)** は Al-1.2%Zr 合金で、結晶粒が細かく、かつセル組織を示す。Al-1.2%Zr 以外の合金では、**Photo. 1, 2, 3** および **4(a)** のごとく大きいグレインサイズを示すが、Al-1.2% Zr 合金はきわめて細かい結晶粒を示し、1.2%Zr は結晶粒を微細化する効果を持つ。

Photo. 3 Dendritic cell structure in Al-3%Zn alloy. ($\times 130$)

Al-Sn 合金は、**Photo. 2** および **3** に示す Al-Cu および Al-Zn 合金とほぼ同様のデンドリティックセル組織を示した。

Fig. 1 に各合金の溶質濃度 (at%) における平均セルサイズを示した。セルサイズは主デンドライト周辺のセルおよびデンドリティックセルの平均値である。Al-Cu 合金では、Cu 濃度が増すと平均セルサイズは減少するが、その他の合金ではあまり大きな変化は認められない。

3.2 電子顕微鏡組織観察

電子顕微鏡観察は前記のごとく、主にセルあるいはデンドリティックセル組織の部分について行なつた。

Al-Fe 合金では、Al-Si 合金⁴⁾に現われた前記の三種類のセル境界が全部、Fe 濃度変化に従つて現われた。

Al-0.005%Fe 合金では、光学顕微鏡組織は **Photo. 1(a)** のごとく腐食により現われるが、その組織と関連した転位配列は電子顕微鏡ではほとんど観察できず、(I) 型のセル境界である。第二相粒子はすでに 0.005%Fe 合金でも認められ、Al-Fe 合金はたいへん晶出しやすい系であることがわかる。第二相粒子は小さくデンドライト境界に晶出しているが、きわめて小さいため電子線回折できなかつた。しかし凝固速度が速い場合は Al_6Fe が多いということ⁷⁾より、これらの第二相粒子も Al_6Fe と

(a) 0.8%Zr,

(b) 1.2%Zr

Photo. 4 Cell structures in Al-Zr alloys. ($\times 130$)

Fig. 1 Average cell size of Al-alloys.

考えられる。

Fe 濃度が増し, Al-0.01%Fe となると, **Photo. 5(a)** に示すごとく, セル境界あるいはデンドライト境界に多

数細かく第二相粒子 (Al_6Fe) が晶出し, それに転位はもつれてセル境界などに連なっている。このような傾向は Al-0.1%Fe まで認められる。**Photo. 5(b)** は Al-0.1%Fe 合金の典型的なセル組織である。転位は第二相粒子の現われているセル境界にのみ存在し, セル内にはほとんどない。

Photo. 5(c) に示した亜粒界は Al-0.025%Fe 合金で観察されたものであるが, このような亜粒界は 0.025% Fe から 0.1%Fe の間でしばしば観察され, Fe 濃度が高いほど, より多く現われていた。

Al-0.3%Fe 合金になると, **Photo. 5(d)** に示すごとく, セル境界を細かい共晶晶出物が多数埋めるようになり, その転位配列は観察しにくい, 大部分が亜粒界となっていた。さらに Al-0.3%Fe 合金では, **Photo. 5(e)** に示すごとく, セル境界の第二相粒子の所よりセル内に向つて両側に転位がプリズマチックパンチングされてい

- (a) Dendritic cell boundary containing small secondary phase particles and tangled dislocations in Al-0.01% Fe alloy. ($\times 4,000$)
- (b) Cell structure in Al-0.1%Fe alloy. ($\times 2,700$)
- (c) Low angle boundary in Al-0.025%Fe alloy. ($\times 8,600$)
- (d) Cell structure in Al-0.3%Fe alloy. ($\times 1,800$)
- (e) Prismatic punching of dislocations at secondary phase particles on dendritic cell boundary in Al-0.3%Fe alloy. ($\times 6,300$)

Photo. 5 Electron micrographs of cell structures in Al-Fe alloys.

Photo. 6 Second phase particles on cell boundaries in Al-0.1%Sn alloy. ($\times 4,100$)

Photo. 7 Dislocation arrangements along cell boundaries in Al-2%Cu alloy. ($\times 3,800$)

るのが認められる。このような転位のプリズマチックパンチングは比較的大きな晶出物の現われる Al-0.1%Fe および Al-0.3%Fe 合金でしばしば観察された。

以上のごとく、Al-0.01%Fe から Al-0.1%Fe の範囲の合金は、セル境界に第二相粒子ともつれた転位が連なる(Ⅱ)型のセル境界と考えられる。Al-0.3%Fe 合金では共晶晶出物が多量にセル境界に現われ、それに亜粒界が連なる(Ⅲ)型のセル境界である。

つぎに、Al-Fe 合金よりさらにアルミニウム中の固溶度の少ない Al-Sn 合金における第二相粒子と転位との関係を調べた。**Photo. 6** は Al-0.1%Sn 合金の組織である。セル境界には、そこで最後に低い温度で凝固した Sn 粒子が細かく球状に現われており、ほとんど転位はない。この系では、Sn の晶出する温度でアルミニウム中の Sn の固溶度はほとんどないので、転位は第二相粒子の所で発生すると考えられる。しかし、比較的大きな粒子の所で、Al-Fe 合金の場合と同様、転位はパンチングされているのが観察されるのみであつた。Al-1%Sn と Sn 濃度が増加しても組織は Al-0.1%Sn とほとんどかわらない。従つて、この合金系では転位のないことでは(Ⅰ)型のセル境界に似ているが、固溶体中での Sn の偏析がほとんどないので、新しい第四の型のセル境界といえる。すなわち、第二相粒子はセル境界に存在するが、セル境界でアルミニウム固溶体中の溶質の偏析はなく、ほとんど転位のないセル境界である。

Al-Cu 合金では、実験した Cu 濃度範囲では(Ⅱ)型および(Ⅲ)型のセル境界が観察された。

Al-0.1%Cu 合金では、Al-0.05%Si 合金⁴⁾で観察されたとき組織を示した。すなわち、セル結合点には比較的大きな第二相粒子が現われ、セル境界にはもつれた転位が連なる組織である。しかし、Al-0.25%Cu 以上になると、セル境界での転位配列は Al-Mg 合金⁴⁾の場合ときわめて類似し、セル境界の等溶質濃度線に沿った転

位配列を示すようになる。**Photo. 7** は Al-2%Cu 合金の組織であるが、このような組織は 0.25~2%Cu の範囲の合金の典型的なものである。しかし転位の量は Cu 濃度が高いほど多い。第二相粒子は低 Cu 濃度合金でも現われ、Cu 濃度が増すと大きくなり、形は不規則で、セル結合点に晶出する。Al-4%Cu 合金では、各セル結合点に晶出物が現われ、セル境界はそれらを結んで亜粒界となつているものが多い。

以上のごとく Al-Cu 系では、2%Cu までは(Ⅱ)型のセル境界であり、Al-4%Cu 合金は細かい共晶ではないが、(Ⅲ)型のセル境界に相当すると考えられる。

Al-Zn 合金では、3.1 で述べたごとく、きわめてセル結合点での Zn の偏析が高いと考えられ、電解研磨中にセル結合点が優先的に薄くなる。しかし、第二相粒子は Al-6%Zn 合金でも観察されず、Zn はアルミニウム中に完全に固溶している。全 Zn 濃度の合金ではほとんど同じ組織を示した。**Photo. 8** は Al-3%Zn 合金であるが、転位はきわめて少なく、さらにその配列も特にセル境界と関連していない。

したがつて、Al-Zn 合金は転位密度が低く、かつ転位配列はセル境界に関連していないので、6%Zn と高 Zn 濃度においても(Ⅰ)型のセル境界である。

最後に Al-Zr 合金であるが、光学顕微鏡では偏析によると考えられるセル組織が観察されたが、電子顕微鏡ではほとんどセル組織は認められない。しかし、**Photo. 9**に示すごとく、Al-1.2%Zr ではわずかに電解研磨のままでセルが認められ、わずかな転位がセル境界に沿っていることがわかる。しかし 0.8%Zr より低い Zr 濃度の合金では、さらに転位は少ない。Al-Zr 合金の組織は同程度の合金濃度の Al-Mn 合金の組織³⁾ときわめて類似している。

以上のごとく、Al-Zr 系では Al-0.8%Zr および Al-1.2%Zr 合金は(Ⅱ)型のセル境界であるが、それ以下

の Zr 濃度では (I) 型のセル境界である。

3.3 X線マイクロアナライザによる観察

セル境界での溶質の偏析状態を調べるため、X線マイクロアナライザを用いてセル境界を横切つて line scanning あるいは step counting 法により実験を行なった。電子線のビーム径は約 3μ であった。

Al-Fe 合金では、晶出物の少ない 0.01, 0.025 および 0.05% Fe 濃度の合金で調べたが、Fe 濃度がきわめて低いため、Fe の偏析状態は測定できなかつた。Al-Fe 合金では、多量の晶出物が現われているが、Altenpohl⁸⁾によると工業的な凝固速度でも Fe は過飽和にアルミニウム中に固溶することが、さらに Hofmann ら⁹⁾によると急冷凝固の場合は多量 (0.17%) の Fe がアルミニウム中に固溶することが示されているので、本実験も急冷凝固であるので、セル境界のアルミニウムマトリックス中に Fe はかなり固溶していると考えられる。

Al-Sn 合金については、多量の晶出物が現われているため測定しなかつたが、平衡状態図¹⁰⁾より、ほとんどアルミニウム中に Sn は固溶しないことがわかる。

Al-Cu 合金では、比較的第二相粒子が少ない 0.25,

Photo. 8 Cell structure in Al-3%Zn alloy ($\times 4,100$)

Photo. 9 Cell structure in Al-1.2%Zr alloy ($\times 4,100$)

0.5 および 1% Cu 合金で調べた。Fig. 2 は Al-1% Cu の結果であるが、それぞれのピークはデンドリティックセル境界に対応している。0.25 および 0.5% Cu 合金でもほぼ同様の結果を示し、Al-Cu 合金では、セル境界に Cu が比較的高く偏析していることがわかる。

Fig. 3 は Al-3% Zn 合金の分析結果であるが、それぞれのピークは Al-Cu 合金の場合と同様、デンドリティックセル境界に対応している。この合金系では、電子顕微鏡観察の結果を考えると、セル境界に第二相粒子は晶出せず、完全にアルミニウム中に固溶した状態で Zn は偏析していることが明らかになった。Al-6% Zn 合金も Fig. 3 と同様な結果を示し、Al-Zn 合金は Al-Cu 合金同様、比較的セル境界での Zn の偏析の高い合金である。

Al-Zr 合金では、1.2% Zr の試料で Al-Cu および Al-Zn 合金の場合と同様 line scanning を行なったが、明瞭な偏析状態の結果はえられなかつた。このため step counting 法でセル境界を横切つて Zr の偏析状態を調べた。その結果を Fig. 4 に示す。分配係数より期待されるごとく、セル境界で Zr が少なくなっている事が明らかになった。

電子線のビーム径および試料のセルサイズを考えると以上の結果は実際の偏析より低い値を示していると考えられるが、セル境界のアルミニウム固溶体中の溶質の濃度とセル内での溶質濃度の差 (ΔC) は Al-Cu および Al

Fig. 2 Line scanning analysis across dendritic cell boundaries in Al-1% Cu alloy.

Fig. 3 Line scanning analysis across dendritic cell boundaries in Al-3% Zn alloy.

Fig. 4 Step counting analysis across cell boundaries in Al-1.2%Zr alloy

-Zn 合金で比較的大きく、Al-Zr 合金では比較的小さく、さらに Al-Fe 合金ではきわめて小さいことが明らかになった。

4. 考 察

4.1. 転位配列をも考慮したセル境界について

本実験の合金系においても Al-Sn 合金以外では、Al-Si 合金など⁴⁾で分類した前記三種類の型のセル境界に分類できる。各合金系で溶質濃度により現われるセル境界を分類すると **Table 2** のごとくなる。Al-Fe および Al-Cu 合金では、全部の型のセル境界が溶質濃度変化とともに現われる。すなわち、溶質濃度がきわめて低い場合は (Ⅰ) 型、中程度で (Ⅱ) 型、高溶質濃度の場合は、(Ⅲ) 型である。しかし Al-Zn 合金では、高 Zn 濃度でも (Ⅰ) 型のセル境界しか観察されない。Al-Zr 合金では、(Ⅰ) および (Ⅱ) 型は観察されるが、(Ⅲ)

Table 2 Solute concentration range for various types of cell boundaies.

Al-alloy	Type of cell boundary		
	I	Ⅱ	Ⅲ
Al-Fe	<0.01%	0.01~0.1%	>0.3%
Al-Cu	≦0.1%	0.1~2%	>4%
Al-Zn	<6%	...	...
Al-Zr	<0.3%	0.8~1.2%	...

Table 3 Change of Al-lattice parameter with solute concentration and difference of atomic radii between solvent (Al) and solute.

Al-alloy	da/dc	Δr
Al-Fe	0.0078	0.19
Al-Cu	0.0041	0.15
Al-Zn	0.0008	0.10
Al-Zr	...	0.15
Al-Sn	...	0.08

型のセル境界は現われなかった。Al-Zr 合金では (Ⅱ) 型のセル境界でも、その転位密度はきわめて低い。

Al-Sn 合金では、第二相粒子はセル境界に存在するがほとんど転位のないセル境界で、これまでの三種類の分類の仕方では (Ⅰ) 型に近いが、固溶体中での Sn の偏析がほとんどない点が異なり、前記の三種類のセル境界のどれにも当てはまらず、第四の型のセル境界である。

(Ⅱ) 型のセル境界でしばしば多数の転位配列が認められるが、二つの型が観察される。一つは Al-Fe 合金で見られるように、**Photo. 5 (b)** 第二相粒子にもつれ、かつ転位自体も互にもつれた配列である。他の一つはセル境界の壁に沿った転位配列で **Photo. 7** に示したごとく Al-Cu 合金や Al-Zr 合金で観察される。このような転位配列は Al-Mg および Al-Mn 合金でも観察された^{3,4)}。さらに多量の転位は (Ⅱ) 型のセル境界で、セル境界に沿った転位配列の場合に観察された。

4.2 凝固転位について

凝固組織としての転位については、その発生という立場より多数の研究者により調べられているが、Elbaum¹¹⁾により最初に 5 種類の転位発生機構にまとめられた。これらの機構のうち、純金属の場合は、不純物粒子あるいは不純物の偏析による転位発生機構^{5,6)}が一番有効な転位発生機構であることが最近の研究より明らかになってきた^{12,13)}。さらに著者らはさきの研究⁴⁾において、合金系の転位発生は溶質の偏析に基づく格子歪 (すなわち組成的応力) を緩和するための機構が一番有効であることを示した。この機構が働く場合、格子歪を緩和するために発生する転位の量 (N) は Goss ら⁵⁾により、

$$N = \Delta c (da/dc) / (l/ab)$$

で与えられている。Δc は偏析量、da/dc は溶質濃度当りの格子常数変化および b はパーガスベクトルである。従って転位密度は Δc および da/dc がともに大きい場合高い事が予想される。

Table 3 に各合金系の da/dc の値^{9,14)}を示す。しかし da/dc の値の不明の合金系があるので、da/dc と同様格子歪のパラメータとして考えられる溶媒原子 (Al) と溶質原子の最隣接原子間距離より求めた原子半径の差 (Δr) をも示した。これらの値は Al-Fe、Al-Cu および Al-Zr 合金で大きく、その他の合金では比較的小さい。

Table 3 と X線マイクロアナライザによるセル境界への偏析量 (Δc) を考え合わせると、各合金系の典型的組織を示した溶質濃度の合金の転位密度は **Table 4** のごとくなる。Δc および da/dc (あるいは Δr) がともに大きい Al-Cu 合金で転位密度は高く、転位は偏析による格子歪を緩和するための機構で多量に発生することが明らかである。さらに転位配列も格子歪を緩和するようにセル境界で等溶質濃度線に沿っていることが **Photo. 7** よ

Table 4 Expected dislocation densities in Al-alloys.

Al-alloy	k_0	Δc	$\frac{da}{dc}$ or Δr	dislocation density
Al-0.1%Fe	0.03	low	large	middle
Al-2%Cu	0.12	large	large	high
Al-3%Zn	0.33	large	small	low
Al-1.2%Zr	2.54	low	large	low
Al-1%Sn	0.008	extremely low	middle	very low

り明らかである。したがって、 da/dc が大きい合金系で、局部偏析が高い場合、多量の転位の発生が起こる。

Al-Zn 合金では、 Δc が大きいても da/dc がきわめて小さいため、Al-Ag 合金⁴⁾の場合と同様、転位密度は低い。

一方、 da/dc (あるいは Δr) が大きいても Δc の小さい Al-Zr 合金でも転位は少ない。しかし、Al-Fe 合金では Δc が小さくても転位密度は中程度である。

さらに、Al-Sn 合金では Δc および Δr がともに小さいので転位密度はきわめて低い。

以上のごとく Δc の小さい場合 (Al-Fe, Al-Zr および Al-Sn 合金) でも、 da/dc が小さい場合と同様、転位密度が低いことが明らかになった。

Table 4 のうちで Al-Fe 合金では Δc が小さくても中程度の転位密度を示している。Al-Fe 合金では、多量の第二相粒子がセル境界に高温で晶出する。このため凝固後、冷却中に生じる第二相粒子とアルミニウムマトリックスとの熱収縮の差に基づく応力により、転位は第二相粒子の所で生成されると考えられる。比較的大きな共晶粒子が現われる Al-0.1%Fe および Al-0.3%Fe 合金では、**Photo. 5(e)** に示したごとく、プリズマチックパンチングの機構¹⁵⁾¹⁶⁾で発生した、転位が見られる。このように、Al-Fe 合金では第二相粒子に基づく転位発生が起こるため、 Δc が小さくても他の合金より転位密度は高いものと考えられる。

しかし、第二相粒子がしばしば観察される Al-Sn 合金では、Sn 粒子の晶出する温度が低いことと、Al-Fe 合金ほど多量に粒子が現われないことのため、転位発生はきわめて少ない。

以上のごとく、転位発生は溶質原子による格子常数変化 (da/dc) が大きい合金系で局部偏析が高い場合 (たとえば Al-2%Cu 合金) に多量に起こる。溶質原子による格子常数変化あるいは局部偏析のどちらかが小さければ転位発生は少ない。しかし、第二相粒子が高温で多数現われる合金 (たとえば Al-0.1%Fe 合金) では、比較的多量の転位発生がみられ、第二相粒子とマトリックスの熱収縮の差による応力に基づく転位発生機構は、偏析に基づく機構につき有効な転位発生機構である。

5. 結 論

Al-Fe, Al-Sn, Al-Cu, Al-Zn および Al-Zr 二元合金を溶湯から急冷凝固し、その微細構造を、主として転位の発生、分布および配列という観点より研究した。

転位発生はセル境界での溶質偏析 (Δc) が高く、偏析によるアルミニウムの格子常数変化 (da/dc) の大きい合金 (Al-Cu 合金) で多く、つづいて第二相粒子が多量現われた Al-Fe 合金で多いことが明らかになった。その他の合金では、 da/dc あるいは Δc のいずれかが小さいため、高溶質濃度でも転位発生は少ない。

転位配列をも考慮に入れて著者らのさきの研究⁴⁾で分類した三つの型のセル境界は本実験結果にも適応でき、Al-Fe および Al-Cu 合金では全部の型、Al-Zn 合金では (I) 型のみ、Al-Zr 合金では (I), (II) 型であった。しかし Al-Zn 合金では新しい型のセル境界で (I) 型に近いが、セル境界でアルミニウムマトリックス中に Sn の偏析がほとんどなく、第二相粒子が現われているが、転位のほとんどないセル境界である。

謝 辞

本研究の遂行にあたり、高純度アルミニウムの提供および試料の分析を日本軽金属総合研究所に御協力戴き、X線マイクロアナライザ使用の便宜を日立電線株式会社研究部に戴きました。各位に厚く感謝致します。

参 考 文 献

- 1) B. Chalmers: Principles of Solidification, John Wiley & sons Inc., New York (1964).
- 2) I. Obinata, D. Oelschlägel and Y. Takeuchi: J. Inst. Metals, **95** (1967) 158.
- 3) A. Nagata, D. Oelschlägel, Y. Takeuchi and I. Obinata: Trans. JIM, **10** (1969) 52.
- 4) I. Obinata, O. Izumi, D. Oelschlägel and A. Nagata: Trans. JIM, **10** (1969) 107.
- 5) A. J. Goss, K. E. Benson and W. G. Pfann: Acta Met., **4** (1956) 332.
- 6) W. A. Tiller: J. Appl. Phys., **29** (1958) 611.
- 7) D. Altenpohl: Aluminium und Aluminium Legierungen, Springer-Verlag, Berlin (1965) s641.
- 8) D. Altenpohl: Aluminium und Aluminium Legierungen, Springer-Verlag, Berlin (1965) s.22.
- 9) G. Falkenhagen und W. Hofmann: Z. Metallk., **43** (1952) 69.

- 10) M. Hansen and K. Anderko: Constitution of Binary Alloys, Mc Graw-Hill, New York (1958).
- 11) C. Elbaum: Progr. Met. Phys., **8** (1959) 203.
- 12) K. R. Evans and W. F. Flanagan: Phil. Mag., **14** (1966) 1131.
- 13) S.H. Mc Farlence III and C. Elbaum: J. Appl. Phys., **38** (1967) 2024.
- 14) H. J. Axon and W. Hume-Rothery: Proc. Roy. Soc. (A) **193** (1948) 1.
- 15) D. A. Jones and J. W. Mitchell: Phil. Mag., **3** (1958) 1.
- 16) 茅野: 日本金属学会誌, **31** (1967) 310