高圧下で凝固させたアルミニウム合金の偏析

鈴木 鎮夫*・西田 義則*・白柳 格*
井沢 紀久*・松原 弘美*

Segregation in aluminum alloys solidified under high pressure

UDC: 669. 715-14: 62-982: 548. 52

Shizuo SUZUKI*, Yoshinori NISHIDA*, Itaru SHIRAYANAGI*,
Norihisa IZAWA* and Hiromi MATSUBARA*

Al-4%Cu and Al-2 and 5%Si alloys were solidified under high pressures up to 2000 kgf/cm². The eutectic liquid having low freezing point is condensed in the terminal freezing region and causes anomalously developed segregation in the shape of a withered bush. Segregation occurs noticeably when the compressing direction is perpendicular to the preferential growth direction of columnar crystals. Segregation hardly occurs when compression and preferred growth are in the same direction. Gravity castings solidified under normal pressure have more of eutectic phase near the side surface in the form of inverse segregation. The residual liquid eutectic in the solidifying castings under high pressure is, on the other hand, squeezed into the central and upper region of the castings where the liquid with large solidification contraction remains resulting in normal segregation extremely accelerated.

(Received January 14, 1982)

1. はじめに

Al-4%Cu 合金などをプレスによる機械的高圧力下で凝固させると異常な正偏析が生じることは著者ら¹⁾によるだけでなく、雄谷ら²⁾、野本ら³⁾やその他によっても観察され、現在ではよく知られた現象である。そこで、Al-Cu二元合金についての偏析を調べ、銅を2%以上含むと強い偏析を示すことを別に報告した⁴⁾。そこでは α 相を主体とし、わずかに低融点相が存在するAl合金系では同様の正偏析が起こりうることを推測した。今回はこの異常な正偏析の機構を解明するため、Al-4%Cu合金、Al-4%~0.2% Ti合金、Al-2%および5%Si合金を用いて、特殊な条件において高圧下で凝固させた。そして、主としてマクロ組織、組成分析ならびにX線透過写真により偏析の現象を解析した。

2. 実験方法

加圧方法の略図をFig. 1に示す。実験は次の2種を行った。

実験A：前の報告⁴⁾では内径50mmの金型、パンチをほぼ同じ温度に予熱し、コロイド状黒鉛塗型材を用い

たが、今回はこのほかに上下方向の断熱をはかり、側壁からの水平方向の凝固を優先させるため、底部および湯面に石綿を用いる場合、さらに側壁からの水平方向の凝固をできるだけ抑制し、加圧圧縮方向と同じ垂直方向の凝固を優先させる目的で、金型予熱温度を高くし、かつ周囲に石綿スリーブを設けて断熱し、底部および加圧パンチを低温にした場合における偏析を検討した。加圧圧力は1000あるいは2000 kgf/cm²で、用いた材料はAl-4%Cu合金、Al-4%Cu-0.2%Ti合金、Al-2%および5

Fig. 1 Diagrammatic sketch of apparatus for casting under high pressure.

* 名古屋工業技術試験所（名古屋市）。Government Industrial Research Institute, Nagoya (Nagoya).

%Si で合金であつた。

実験 B : 加圧開始時期を故意に遅らせて、周壁からの凝固層の発達途中で圧力を加え、加圧開始時期と偏析との関係を調べた。また高圧下での凝固の進行過程で加圧を停止し、偏析の状態を検討した。

3. 実験結果と考察

3.1 凝固の優先方向と偏析

Photo 1, 2, 3 および 4 にそれぞれ Al-4 %Cu, Al

-4 %Cu-0.2 %Ti, Al-2 %Si および Al-5 %Si 合金を 2000 kgf/cm² の加圧圧力下で凝固させた場合の中心断面のマクロ組織を示す。各写真とも、(a) は金型、底板およびパンチを約 250℃ でほぼ同一温度に予熱した場合、(b) は金型、底板およびパンチ温度は (a) と同じで、底板および湯面に石綿ディスクを用いて上下方向を断熱し、水平方向の凝固を優先させた場合、(c) は周壁に石綿スリーブを用い、かつ金型温度を約 450℃ と高くし、底板およびパンチを室温にして上下の垂直方向の凝固を

Photo 1 Macrostructures of Al-4%Cu alloy solidified under pressure 2,000 kgf/cm². (a) no insulation, (b) top and bottom insulation with asbestos, (c) side insulation with asbestos sleeve. Numerals in the figures corresponding to photos (0-position, %) are copper (upper) and iron contents (lower). $\times 1.0$

Photo 2 Macrostructures of Al-4%Cu-0.2%Ti alloy solidified under pressure 2,000 kgf/cm². (a) no insulation, (b) top and bottom insulation with asbestos, (c) side insulation with asbestos sleeve. Numerals in the figures corresponding to photos (0-position, %) are copper (upper) and iron contents (lower). $\times 1.0$

優先させた場合である。このように水平方向あるいは垂直方向を優先凝固させるために断熱材として石棉を用いた。圧力が加わるまで初期の目的どおり石棉は断熱効果をもっているが、高い圧力が溶湯に加わると溶湯は石棉をしみ透つてしまい、溶湯は金型壁に密着し、金型との間のエア・ギャップも発生しない状態で凝固した。したがって、必ずしも完全に満足するような優先凝固を行わ

せることはできなかったが、マクロ組織から観察されるように本実験の目的に合致する程度の優先凝固を行わせることはできたものと考ええる。

Photo 1 ~ 4 の (a), (b) に認められる鋳物中心上部の黒色部分はいずれも共晶が異常に多く集まった部分に相当する。腐食液はいずれも 5% HF 水溶液である。Photo 1 ~ 4 で明らかなように、黒色部分すなわち極端

Photo 3 Macrostructures of Al-2%Si alloy solidified under pressure 2,000 kgf/cm². (a) no insulation, (b) top and bottom insulation with asbestos, (c) side insulation with asbestos sleeve. Numerals in the figures corresponding to photos (0-position, %) are silicon (upper) and iron contents (lower). $\times 1.0$

に共晶が集まった偏析の分布に一定の傾向がみられる。Photo 1～4 中の (a) に示すように、金型、パンチおよび底板をほぼ同一温度に予熱し、溶湯の湯面を含んだ全周囲からそれほど大きな差を生じないで凝固が進行する場合には、中心やや上部に Y 字状に偏析が生じる。ただし、チタンを 0.2% 添加した合金の場合は微細な等軸晶

を示し、偏析がやや顕著であるように思われ、その形状が Y 字状よりも I 字状に近い形を示している。Photos 1～4 中の (b) のように水平方向の凝固を優先させた場合には偏析は I 字状となり、中心線上部に棒状に分布するが、Photos 1～4 中の (c) のように垂直方向の凝固を優先させた場合には、(a), (b) の場合と異なり、黒色部分の

Photo 4 Macrostructures of Al-5%Si alloy solidified under pressure 2000 kgf/cm². (a) no insulation, (b) top and bottom insulation with asbestos, (c) side insulation with asbestos sleeve. $\times 0.8$

偏析はほとんど存在しない。なお Photos 1 ~ 4 の (c) の周辺部にある片状黒色部分は石綿スリーブが3層に巻いてあるため加圧の際こわれて中心部分に混入したものである。このように加圧圧縮方向と優先凝固方向が一致した場合にはほとんど偏析は認められず、これと反対に加圧圧縮方向と優先凝固方向が直角の場合には最終凝固域と思われる中心線に沿って強い偏析帯が認められる。

Photos 1 ~ 3 の下の図は写真に対応させた図であり、2段に示した数字の上段はその位置におけるそれぞれの合金元素 Cu, Si の分光分析結果の%量を表し、下段は両合金とも Fe の%量を表す。これは大気中での分光分析であり、分析点の大きさは直径約3mm程であつた。このように分析点があり小さいため、たとえマクロ的に偏析が明らかでも分析点内に偏析以外の部分が相当含まれてしまうため、分析値の上にそれ程激しい偏析が出ていない場合もあるようである。一方、Photos 1 ~ 3 の (c) ではマクロ的には偏析が現れていないが、分析値から中心付近でいくらか Cu 等が濃くなっていることが知られる。不純物として含まれる Fe も Cu, Si と全く同一傾向を示す。以上の点は、さらにX線透過写真によつても確認できる。

Photo 5 は Photo 1 と同じ条件の試料をX線透過法により得られた写真を示す。黒い線状物が共晶であり、外周を石綿スリーブで断熱し、加圧圧縮方向と同じ上下方向に凝固を優先させた場合にはこの黒色部は存在せず、偏析をほとんど起さないことを示している。

3.2 凝固進行過程における加圧開始および加圧停止と偏析

加圧開始時期を故意に遅らせ、周壁からある程度凝固層が発達した段階において圧力を加えて凝固を完了さ

Photo 5 X-ray photographs of Al-4%Cu alloy solidified under pressure 1000 kgf/cm². (a) no insulation, (b) top and bottom insulation with asbestos plate, (c) side insulation with asbestos sleeve. Black lines appeared in (a) and (b) are eutectic phase gathered anomalously. $\times 0.9$

せ、偏析の状態を調べた。同時に加圧保持時間の影響についても検討を加えた。

Photo 6 は Al-4%Cu 合金に 1000 kgf/cm² の圧力を加えた場合であり、上段はマクロ組織、下段は偏析を対象に撮影したものである。ほとんど液相状態で圧力が加えられる加圧開始6sec(注湯開始からの時間)の場合、保持時間5secでは凝固があまり進行せず、圧力除去後中心部の残存液相は溶湯の補給のない密閉殻内で凝固が完了するため、かえつて大きな収縮巣が発生する。加圧保持10secになると、中心の一部を残して凝固が進行し、上部に特有の偏析が現れる。加圧保持15sec以上では前項に述べたとおりの偏析を示す。加圧開始を遅らせた加圧開始25secの場合は、収縮パイプがかなり大きく形成された段階で加圧されるため、既に発達していた湯面に近い上部凝固層が加圧圧縮され、押湯のない重力铸造の場合には収縮パイプとなる位置に、低融点の共晶の濃化した残留液相がV字状に集まりながら加圧下で凝固を完了する。偏析はV字状区域と加圧前に既に発達していた凝固層と明瞭に境界を形成する。加圧開始時には中心より下部はほとんど凝固しており、柱状晶の発達には他に比べ少なく、粒状晶域が多くなつており、この領域での偏析はあまり認められない。**Photo 7** は Photo 6 に対応したX線透過写真を示し、共晶部分は丁度竹ぼうきを逆さに立てた形に分布していることがわかる。

3.3 偏析の生成機構

前述のとおり、それぞれの条件に対応した形で偏析が発生する。偏析が発生する時の特徴的な項目をあげる

Photo 6 Polished (lower) and corresponding macro-etched surfaces (upper) of Al-4%Cu alloy showing effects of pressure break and delay of pressure application on segregation during solidification (pressure: 1,000 kgf/cm²). Numerals above photos are start time of loading (former) and holding time of pressure (latter). $\times 0.45$

Photo 7 X-ray photographs corresponding to conditions of Photo 6. The thickness of sample cut from $\phi 50$ mm ingots is 10 mm. $\times 0.9$

Fig. 2 Schematic description of segregation mechanism. (a) solute-rich liquid among columnar crystals is squeezed out into the upper region of casting, (b) solute-rich liquid among columnar crystals is squeezed out widely along axis of casting, (c) no segregation occurs because of little columnar crystals grown on the side wall.

と、①加圧圧縮作用が必要である。②ある程度凝固が進行するまで加圧圧縮作用が必要である。③凝固の進行方向と直角に加圧圧縮作用が働く場合に偏析が顕著である。④加圧開始時期を遅らせ、ある程度凝固層が発達した時点で加圧すると、加圧しないでそのまま重力下で凝固させた場合に収縮パイプの発生する位置に集中的に偏析が発生することなどである。また偏析が発生しない例としては、加圧圧縮作用と優先凝固方向が一致した場合がある。この場合の圧縮作用と凝固収縮の関係はパンチ変位として観測され、これについては詳しい測定結果と考察をすでに報告した⁶⁾。Fig. 2 に示すように重力下では外周から発達してきた凝固層の間に残留すべき低融点の共晶が加圧圧縮作用のため、大きな収縮能を有する未凝固域にしばりだされ、最終的に凝固する中心やや上部に異常に濃化するために発生するものと考えられる。

ところでアスベストによる断熱をしない場合に偏析がY字状に生じる原因は、凝固が鋳物周囲から内部へと進行してゆき、凝固収縮の分だけ鋳物体積が減少する。その分だけパンチが降下し、鋳物上部はかなりの距離降下する。一方、底板に接した部分は全く降下しない。したがって、Photo 1 (a) の場合に観察されるように、降下の激しい鋳物上部側壁に近い所の柱状晶はかなり押しつぶされているが、鋳物底部では押しつぶされていない。

さらに、この押しつぶしの激しい所で溶質に富む液相が中心方向へ押し出されるが、鋳物底部ではそれがほとんど起らない。このような理由で鋳物上部側壁に近い所から溶質に富む液相が激しく押し出され、偏析が鋳物中心線上から上部側壁の方へとY字状に形成されるものと思われる。このことは前報⁴⁾で報告したミクロ組織の上でも観察されている。すなわち、凝固収縮による降下の激しい鋳物上部側壁に近い所では、 α -デンドライトが著しく塑性変形を受けており、その少し内側またはその下側では α -デンドライトが密に寄せ集められたような状況を示し、デンドライト間の溶質に富む相が重力鑄造に比べ非常に少なくなっている。

4. 結 論

α 相を主体に、少量の共晶成分を有するアルミニウム合金の代表例として Al-4%Cu 合金、これに 0.2% のチタンを添加した合金、ならびに Al-2%および 5% Si 合金を用いて、最大 2000 kgf/cm² までの高圧力下で凝固させ、主として共晶組成の偏析と加圧圧力との関係をマクロ組織、分光分析、X線透過写真により検討した。得られた結果は次のとおりである。

- 1) 加圧圧縮下で凝固すると低融点組成である共晶は最終凝固域付近に濃化し、異常に大きな正偏析を示す。
- 2) 共晶の分布形態は竹ぼうきを逆にしたような形状を示す。
- 3) 偏析の度合は加圧圧縮方向と優先凝固方向が直角の場合に著しい。
- 4) 加圧圧縮方向と優先凝固方向が一致する場合にはほとんど偏析は発生しない。
- 5) 重力鑄造の場合には周辺部に残留して分布する共晶が加圧圧縮のため、固相よりも収縮の大きい未凝固の中心上部にしばり出され、最終凝固域付近に濃化し、強い正偏析を起こす。
- 6) α 相を主体に少量の共晶成分を有する合金系では、低融点の共晶は最終凝固域に濃化し、正偏析を起こすことが加圧圧縮下における凝固の特異な点である。

参 考 文 献

- 1) 鈴木, 落合, 伊藤, 白柳, 井沢: 鋳物, **37**(1965), 324.
- 2) 雄谷, 松浦, 高田, 神尾, 小沢: 軽金属, **18**(1968), 377.
- 3) 野本, 時末, 加藤, 青木: 同, **29**(1979), 70.
- 4) 鈴木, 西田, 白柳, 井沢, 松原: 名古屋工業技術試験所報告, **31**(1982), 71.
- 5) 西田, 松原, 鈴木: 鋳物, **47**(1975), 823.