

自動車部品用アルミニウム合金の凝固割れ欠陥予測と防止に
関する研究

Study on Prediction and Prevention of Hot Tearing and
Solidification Cracking in Aluminum Alloys for
Automotive Components

2023年2月

永田 益大
Yoshihiro NAGATA

自動車部品用アルミニウム合金の凝固割れ欠陥予測と防止に関する
研究

Study on Prediction and Prevention of Hot Tearing and
Solidification Cracking in Aluminum Alloys for
Automotive Components

2023年2月

早稲田大学大学院 創造理工学研究科
総合機械工学専攻 輸送機器・エネルギー材料工学研究

永田 益大
Yoshihiro NAGATA

目次

	頁
第 1 章 本研究の社会的背景	
1.1 自動車の軽量化	1
1.2 自動車用材料の変遷	2
1.3 自動車用アルミニウム合金の凝固割れ発生リスク	4
1.4 CAE による凝固割れ予測とそれに基づく防止	6
参考文献	7
第 2 章 従来研究	
2.1 緒言	8
2.2 凝固割れ欠陥発生メカニズムと凝固割れ予測指標およびクライテリアに関する従来研究	
2.2.1 凝固割れ欠陥のメカニズム	11
2.2.2 凝固割れの指標およびクライテリア	13
2.3 固液共存状態におけるアルミニウム合金の力学挙動	
2.3.1 固液共存状態における合金の流動応力のひずみ速度依存性	26
2.3.2 固液共存状態における合金の構成モデル	32
2.3.3 種々のアルミニウム合金の固液共存状態における流動応力の温度/固相率依存性	35
2.3.4 固/液界面における二面角と固相结合率	37
2.3.5 凝固過程に晶出する金属間化合物相が凝固割れ及び力学特性に及ぼす影響	41
2.4 車体構造部品用非熱処理型 Al-Mg 系合金開発に関する従来研究	
2.4.1 合金元素が機械的性質に及ぼす影響	45
2.4.2 合金元素が凝固割れ感受性に及ぼす影響	51
2.4.3 従来までに開発された Al-Mg 系ダイカスト合金の特徴と課題	57
2.5 レビューに基づく研究課題群の決定	59
参考文献	65

第3章 半凝固状態における粘性特性の冷却速度依存性と微視損傷の影響

3.1 緒言	73
3.2 実験方法	
3.2.1 供試材料および温度と固相率の関係	74
3.2.2 高周波誘導加熱式半凝固引張試験	75
3.2.3 試験片溶融範囲の確認	78
3.2.4 試験片の温度分布調査	78
3.2.5 粘性特性の取得方法	
3.2.5.1 ひずみ速度変量引張試験法	79
3.2.5.2 Matsushita らの手法	79
3.2.6 ひずみ取得部における組織観察	80
3.3 実験結果	
3.3.1 試験片溶融範囲の確認と温度分布の取得の結果	80
3.3.2 真応力-真ひずみ曲線	82
3.3.3 粘性特性	83
3.3.4 ひずみ取得部における組織観察結果	85
3.4 考察	
3.4.1 ひずみ速度変量引張試験法と Matsushita らの提案法で取得した 粘性特性の比較	85
3.4.2 粘性特性の冷却速度依存性に関する考察	88
3.5 結言	90
参考文献	91

第4章 凝固過程における固相结合が半凝固状態におけるアルミニウム合金の粘性特性に及ぼす影響

4.1 緒言	92
4.2 実験方法	
4.2.1 供試材料	92
4.2.2 組織観察	
4.2.2.1 結晶粒径	93
4.2.2.2 固/液界面の二面角	94
4.2.3 固相率の算出方法	95
4.2.4 固相结合率の算出方法	96
4.2.5 半凝固状態における力学特性の取得方法	

4.2.5.1	半凝固引張試験装置	96
4.2.5.2	粘性特性取得方法	98
4.3	実験結果	
4.3.1	結晶粒径および二面角の測定結果	99
4.3.2	固相率および固相结合率の温度依存性	100
4.3.3	引張試験結果	101
4.3.4	粘性特性の固相率依存性	102
4.3.5	粘性特性の固相结合率依存性	103
4.4	考察	
4.4.1	半凝固状態における m 値の支配因子	104
4.4.2	半凝固状態における粘性変形機構遷移の決定理論	109
4.4.2	半凝固状態における k 値の支配因子	114
4.5	結言	116
	参考文献	117

第5章 固相结合を主因子とした数理モデルに基づく有限要素解析による半凝固状態のアルミニウム合金の粘性特性取得とその有効性の検証

5.1	緒言	118
5.2	解析手法	
5.2.1	解析モデル作成方法	119
5.2.2	引張応力解析	122
5.2.3	半凝固状態の力学特性の取得方法	
5.2.3.1	応力とひずみ	123
5.2.3.2	Norotn 則における粘性特性	124
5.3	解析結果	
5.3.1	解析モデル	125
5.3.2	半凝固状態の力学特性	126
5.4	考察	
5.4.1	固相结合が半凝固状態の組織に対する有限要素法に及ぼす影響	128
5.4.2	本手法による粘性特性の解析値の有効性検証	128
5.5	結言	130
	参考文献	131

第6章 金属間化合物相を考慮した固相結合が Al-Mn-Cu 系合金の半凝固状態における力学特性および凝固割れ感受性に及ぼす影響

6.1 緒言	134
6.2 実験方法	
6.2.1 合金組成と溶解工程	135
6.2.2 I-beam 鋳型重力鋳造による凝固割れ感受性の測定	137
6.2.3 半凝固状態における引張試験	138
6.2.4 固相結合率の測定方法	
6.2.4.1 Campbell の固相結合モデル	139
6.2.4.2 金属間化合物相を考慮した固相結合モデル	139
6.3 実験結果	
6.3.1 Fe 量が凝固割れ感受性に及ぼす影響	142
6.3.2 Fe 量が半凝固状態の最大真応力と伸び値に及ぼす影響	143
6.3.3 固相結合率	144
6.4 考察	
6.3.1 Fe 量により半凝固状態の引張強度が異なる支配因子	145
6.3.1 凝固割れ感受性と半凝固状態の力学挙動の関係	146
6.5 結言	147
参考文献	148

第7章 高延性と低凝固割れ感受性を両立した自動車構造部品用非熱処理型 Al-Mg-Mn 系ダイカスト合金の開発

7.1 車体構造部品用非熱処理型 Al-Mg 系合金の開発とダイカスト試作, 凝固割れ感受性低減メカニズムの解明	
7.1.1 緒言	150
7.1.2 実験方法	
7.1.2.1 合金組成と鋳造工程	151
7.1.2.2 I-beam 鋳型重力鋳造による HTS 測定方法	153
7.1.2.3 組織観察	154
7.1.2.4 高圧ダイカスト実験	154
7.1.2.5 半凝固状態における引張試験	156
7.1.3 実験結果	
7.1.3.1 I-beam 型重力鋳造による HTS 測定結果	157
7.1.3.2 試験片の凝固組織	158

7.1.3.3	高圧ダイカスト実験	159
7.1.3.4	半凝固状態における引張強度および伸び値	160
7.1.3.5	半凝固状態における荷重の時間変化	162
7.1.3.6	破断後試験片の内部組織	164
7.1.4	考察	
7.1.4.1	Sr の添加により凝固割れ感受性が低減するメカニズム	165
7.1.4.2	凝固割れ感受性低減に寄与する水素量の範囲	166
7.1.5	小括	167
7.2	流動凝固熱応力連成解析を用いた Al-Mg 系ダイカスト合金製ロアリングに生じる凝固割れ予測	
7.2.1	緒言	168
7.2.2	解析手法	169
7.2.3	結果と考察	172
7.2.4	小括	174
7.3	結言	174
	参考文献	175

第 8 章 総括

8.1	本論文の総括	176
8.2	今後の課題と展望	182

研究業績

謝辞

第1章 本研究の社会的背景

1.1 自動車の軽量化

世界全体の人為起源の CO₂ 排出量を現在の約 340 億トンから 2050 年には正味ゼロにすることが世界的な課題となっている[1]. 2020 年時点での日本の CO₂ 総排出量とその内訳では、総排出量(約 10.4 億トン)のうち運輸部門の占める割合が約 18 % (約 1.9 億トン)であり、その約 90 %は自動車からの排出である[2]. 自動車からの CO₂ 排出量削減が望まれている.

自動車の CO₂ 排出量を削減するためにはエネルギー効率向上が必要となる; ガソリン車では燃料消費率(燃費, km/L), 電気自動車では電気消費率(電費, km/Wh). Fig. 1.1(a)にガソリン車と電気自動車のエネルギー消費割合を示す[3]. 電気自動車は「パワートレインの熱損失」がないため、全体のエネルギー損失量がガソリン車の約 1/3 となる. そのため、国策として 2030 年までに電気自動車の普及率を全体の 30 ~ 50 %まで増加させる目標が設定されている [4]. Fig. 1.1(b)にガソリン車の熱損失以外の燃費損失アイテムの割合を示す. 熱損失以外の燃費損失アイテムの内、約 30 %は「車両質量」であることがわかる. Figs. 1.1(a), (b)より、ガソリン自動車全体の燃費損失の約 10 %は「車両質量」に占められることがわかる. 電気自動車においても Fig. 1.1(b)の「車両質量」の占める割合が約 30 %であるとすれば、全体の電費損失の約 30 %は「車両質量」によることになる.

このように、自動車軽量化がエネルギー効率向上に寄与する割合は大きい. ガソリン車における車両質量と燃費の関係を Fig. 1.2 に示す[5]. 車両質量を 1.0 kg 軽量化すると約 1.0 %燃費を向上できる. CO₂ 排出量削減において自動車軽量化はさらに重要になることが考えられる.

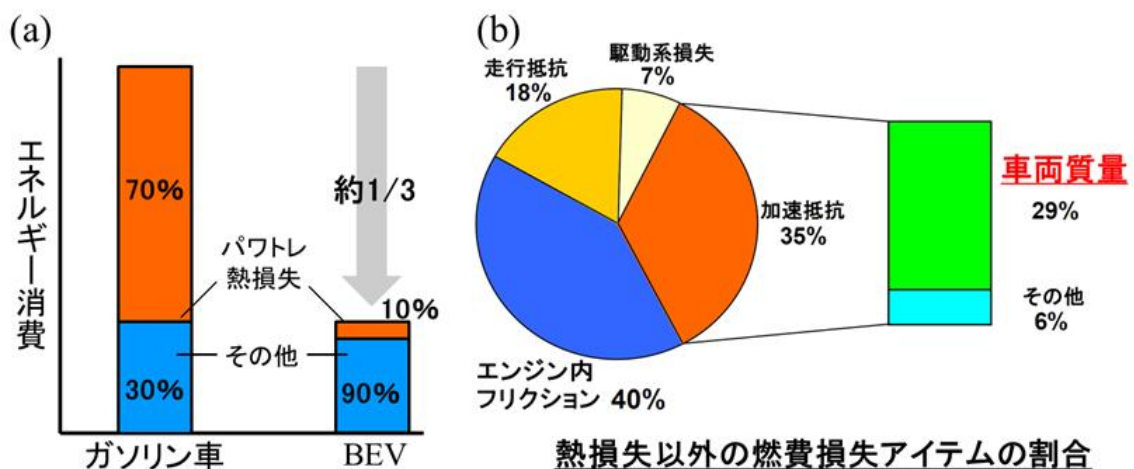
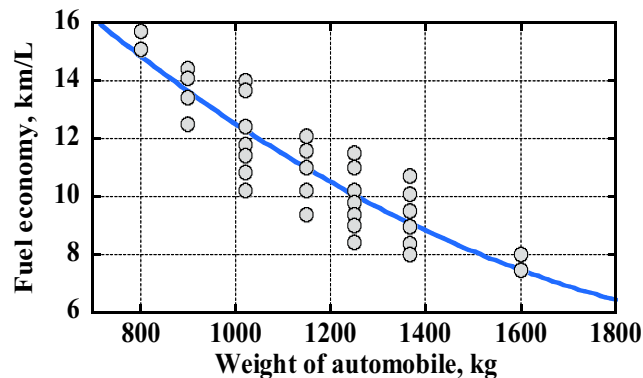


Fig. 1.1 Energy consumptions of vehicles, (a)comparison of conventional vehicle and battery electric vehicle, (b)percentage of fuel loss items other than heat loss in conventional vehicle [3].



目されている。これまでは、溶湯の流動性や鋳型充填性の観点から、JIS ADC3 や Silafont36 などの Al-Si-Mg 系合金が用いられてきた。しかしながら、Al-Si-Mg 系合金は鋳放しで車体構造部品に要求される耐力と延性を得ることができない。T6 熱処理を施されることが一般的であるが、熱処理とひずみ矯正のプロセスにおける CO₂ 排出量およびコスト増加が環境問題および生産性を低下させ問題となっている。また溶体化処理から時効処理までの熱処理工程における工場内の気温や時間などの管理によって、時効析出に影響(負の効果や正の効果)を及ぼすことがあり[3]、熱処理条件を一定に管理しても耐力や伸びが要求値を満たさないことも問題となっている。上記の背景から、近年では非熱処理で延性に優れる Al-Mg 系、Al-Mg-Si 系ダイカスト合金を車体構造部品に適用することが注目されている。欧州においては、Magsimal®-59 合金といった非熱処理型 Al-Mg-Si 系合金が一部の車体構造部品に採用されている。

Table 1.1 Relationship between materials and mechanical properties for multi-material design [3].

材料	板曲げ剛性	耐バックリング	部材剛性	ねじり剛性		強度	耐デント	曲げ強度	
代表指標/質量	$\sqrt[3]{E/\rho}$	$\sqrt{E/\rho}$	E/ρ	G/ρ	$\sqrt{G/\rho}$	σ_y/ρ	$\sqrt{\sigma_y/\rho}$	σ_B/ρ	
鋼板340MPa	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	→ 車体構造部品 (強度, 衝突)
鋼板980MPa	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	2.9	1.7	2.9	
アルミ6000系	2.0	1.7	1.0	1.0	2.0	0.7	1.4	1.4	→ 外板 (耐デント, 梁剛性)
アルミ7000系	2.0	1.7	1.0	1.0	2.0	3.0	3.0	3.0	
アルミ鋳物	2.0	1.7	1.0	1.0	2.0	1.6	2.2	1.6	→ 車体構造部品

NISSAN GTRのストラットハウジング

<従来>

<GTR>

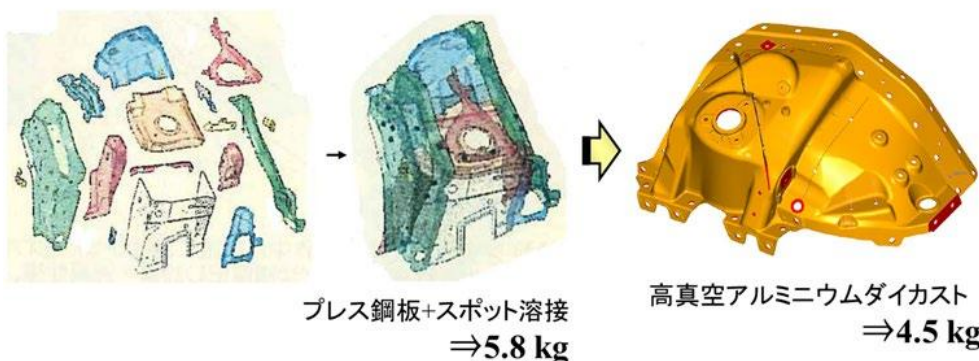


Fig. 1.3 Example of the weight reduction of the structural part of automobile (strut-housing) by application of aluminum die castings. [6]

【熱交換器】

自動車用熱交換器はそれ自身の軽量化による車両重量低減はもとより、燃料および電気を消費し作動するシステム部品であることから、熱交換器の高効率化そのものが自動車全体のエネルギー効率に対して影響の大きい部品の一つである。熱交換器で冷却される機器には、ガソリン車ではエンジンやトランスミッションなど、電気自動車ではモーターや電池などがある。そのため、冷却される機器のエネルギー消費の高効率化にも貢献する。以上のため、熱交換器の小型、軽量そして高効率化は求められ続けており、これに対する回答として部材のアルミニウム化が進められてきた[7]。フィン材のアルミニウムは一般的に 1000 系(純アルミ系)や強度に優れる 3000 系(Al-Mn 系)合金である。しかしながら近年では、熱交換器の小型、軽量化のために、Cu や Si などの強度を向上させる合金元素が添加されている。今後も要求される機械的性質が高まるにしたがって、合金組成が多様化することが考えられる。

1.3 自動車用アルミニウム合金の凝固割れ発生リスク

1.2 節より、自動車軽量化のため、比重の軽いアルミニウム合金への材料置換や機械的性質を満足するための組成多様化が進行していることが分かった。しかしながら、このような材料変遷は鋳造時の凝固割れ発生リスクを増加させることが生産現場で問題となっている。凝固割れとは、鋳造過程の合金(液相線から固相線の間)の固液共存状態における合金に生じる割れのことである。ダイカスト品に生じた凝固割れを **Fig. 1.5** に、半連続鋳造スラブに生じた凝固割れを **Fig. 1.6** に示す。鋳造過程における凝固収縮が金型もしくは先行凝固部に拘束され、最終凝固部に熱応力または熱ひずみが発生することで生じる。後工程での修復は困難なため、凝固割れが発生した製品は NG となる。

自動車構造部品はアルミニウム合金ダイカストへの置換が進行していることは 1.2 節で示した。また近年は非熱処理で延性に優れる Al-Mg 系ダイカスト合金に着目されていることも示した。しかしながら、この合金は延性に優れる一方で、従来までに使用されてきた Al-Si 系ダイカスト合金よりも鋳造時に凝固割れが生じやすい。実際に **Fig. 1.5(b)**のような凝固割れの発生が現場の課題となっている。凝固割れが生じにくく、かつ要求される機械的性質を満足する Al-Mg 系ダイカスト合金が生産現場で望まれている。

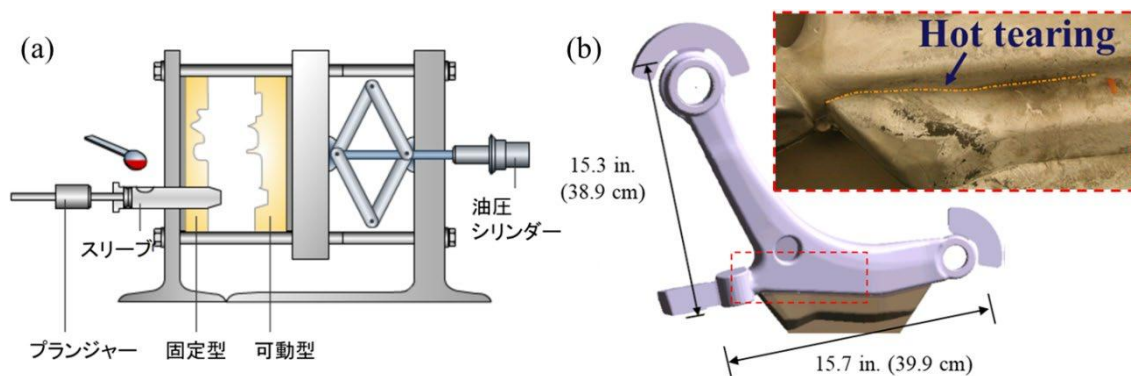


Fig. 1.4 (a) Schematic diagram of high pressure die casting machine, and (b) the occurrence of hot tearing in the control arm castings [8].

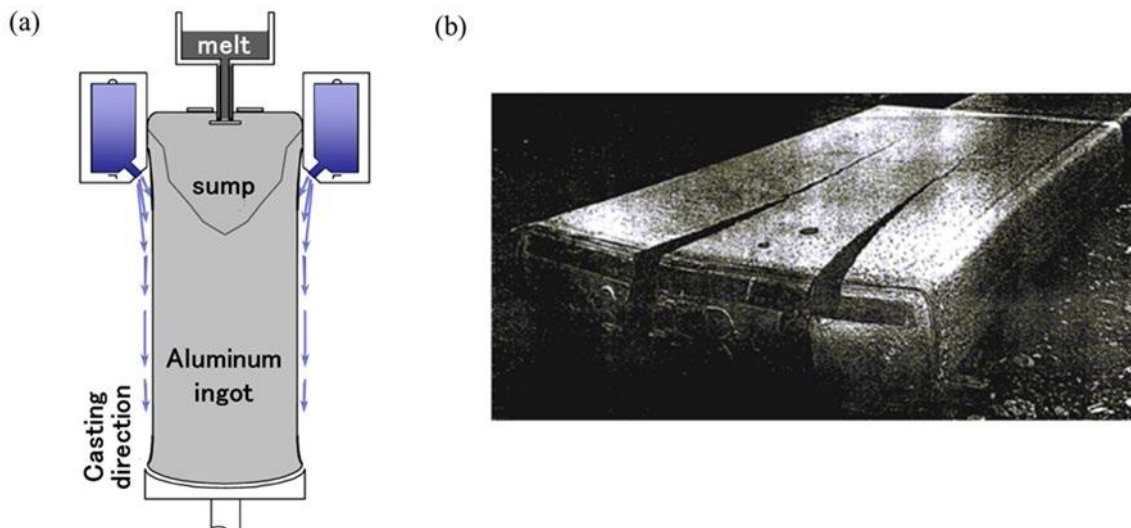


Fig. 1.5 (a) Schematic diagram of direct chill casting, and (b) the occurrence of hot tearing in the slab [9].

熱交換器用 Al-Mn 系合金の製造工程は、**Fig. 1.5(a)**に示す半連続 casting (Direct Chill casting: DC casting) によるスラブの casting から始まる。この DC casting 時に、Cu, Si など強度および耐力向上のための合金元素が組成に添加されていると、**Fig. 1.5(b)**に示すような凝固割れの発生リスクが高くなる。この課題に対して、製造現場では Fe などの元素を添加することで凝固割れ発生リスクを低減できることが経験的に知られている。しかしながら、そのメカニズムは明らかではないため、添加量などは熟練の casting 技術者の勘によることもある。合金組成の多様化にともなう凝固割れ発生リスクの増加に対して、合金元素が凝固割れ感受性に及ぼすメカニズムを解明することが望まれている。

1.4 CAEによる凝固割れ予測とそれに基づく防止

これまでの生産現場では、熟練の鋳造技術者のノウハウや経験に基づいて凝固割れの防止と対策が施されてきた。局所的な最終凝固部をなくすために製品形状や金型を修正するなどの策がある[10]。しかしながら、鋳物形状の大型化と複雑化が進行している。従来のトライアンドエラーによる凝固割れの対策はコスト面で問題となる。また、従来のトライアンドエラーは実車、実機を用いた後工程で行われることが一般的であった(Fig. 1.6(a))。製品に生ずる欠陥をなくせなかった場合の設計への大幅な手戻りやそれに伴う金型費用等のコストが大きな問題となる。以上の背景から、近年では設計段階でCAE(Computer Aided Engineering)技術を活用し、製品形状と製造プロセスの双方を作りこむ開発工程(Fig. 1.6(b))にシフトしつつある。設計段階でFinite Element Method(FEM)を用いた流動凝固・熱応力解析による凝固割れを未然に予測し、防止することが望まれている。

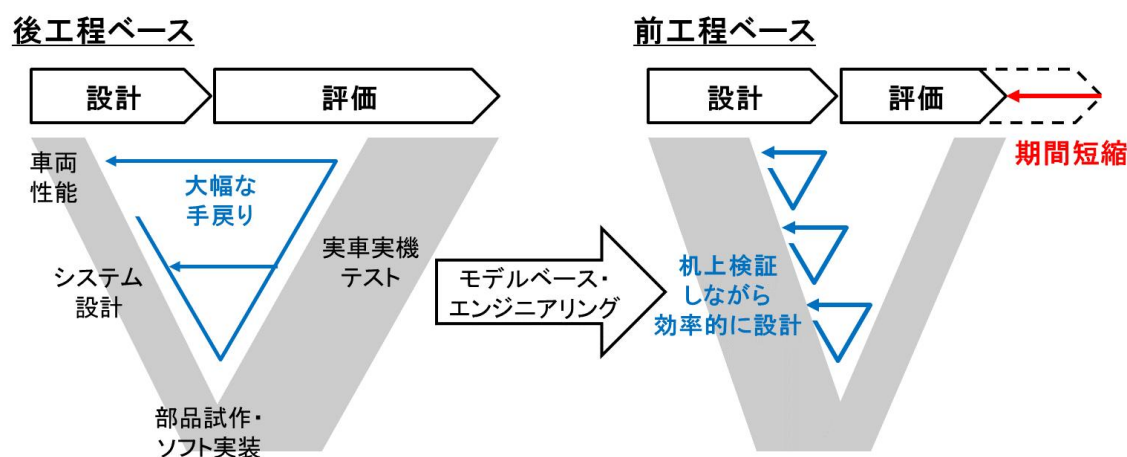


Fig. 1.6 Transformation of the R&D process

参考文献

- 1) 環境省: 「IPCC 『1.5°C特別報告書』の概要」, https://www.iges.or.jp/jp/publication_documents/pub/policyreport/jp/6693/IGES+IPCC+report_FINAL_20200408.pdf, (2022).
- 2) 環境省: 「2020 年度(令和 2 年度)の温室効果ガス排出量(確報値¹⁾)について」, https://www.env.go.jp/earth/ondanka/ghg-mrv/ghg/Honbun_2020_GHGInventory_FinalFigures.pdf, (2022).
- 3) ダイカスト用アルミニウム合金委員会: 「Al-Mg 系合金ダイカストの使いこなし及び製造技術向上に関する調査・研究」, (一社)日本アルミニウム協会 (一社)日本ダイカスト協会, 2021.
- 4) 経済産業省: 「自動車新時代戦略会議 中間整理」, 2018, https://www.meti.go.jp/shingikai/mono_info_service/jidosha_shinjidai/index.html, (2022).
- 5) 神戸洋史, 東畑透: 鋳物, 64 (1992), 870-874.
- 6) 金指研, 田代政巳, 鈴木信男, 松本茂, 勝倉誠人, 板倉浩二: 軽金属, 59 (2009), 148-153.
- 7) 岡崎恵一, 磯部保明: 軽金属, 56 (2006), 240-246.
- 8) K.D. Carlson, C. Beckermann, J. Jekl, and R. Berkmortel: Magnesium Technology 2011, 93-100.
- 9) P. D. Grasso, J. M. Drezet, M. Rappaz: JOM, 2002, Online article.
- 10) 西 直美: 「ダイカストの欠陥・不良を考える」, ダイカスト新聞社, 2017 年 6 月 10 日.

第2章 従来研究

2.1 緒言

第1章において、低コストとCO₂排出量削減を達成しつつ要求される機械的性質を満足するためにアルミニウム合金の組成は多様化しているが、それに伴って鑄造時に生じる凝固割れ欠陥が多発していることを述べた。そのため、(1)熱応力解析による凝固割れ欠陥の未然予測とそれに基づく防止、(2)合金元素がアルミニウム合金の凝固割れ感受性(凝固割れしやすさ)に及ぼす影響に関する研究ニーズが高まっており、世界的にも盛んに研究が行われている。本章ではそれら従来研究に関して、下記の調査視点からレビューを行い、各従来研究の特徴と課題を整理する。

調査視点① 凝固割れ発生欠陥メカニズムと凝固割れ予測指標およびクライテリアに関する従来研究(2.2節)

熱応力解析による凝固割れ予測は、割れ発生を示唆する指標(Index)や判断基準(Criteria)の精度に依存する。すなわち、指標やクライテリアが凝固割れ発生理論を考慮できていなければ割れの予測結果の信頼性に疑問が残る。そこで、凝固割れが生じるメカニズムの整理(2.2.1項)とこれまでに提案されてきた凝固割れ指標やクライテリアがどのような凝固割れ発生理論に基づくのか(2.2.2項)をまとめ、特徴と課題について整理した。その結果、固液共存状態における合金の力学挙動を模擬する構成モデルが必要であることが示された。

調査視点② 固液共存状態におけるアルミニウム合金の力学挙動に関する従来研究(2.3節)

調査視点①より、鑄造時の合金に生じる熱応力や熱ひずみが凝固割れの駆動力となり、かつ熱応力解析による凝固割れ予測には鑄造時の合金の力学挙動を模擬する構成モデルが必要であることが示された。そこで調査視点の2つ目として、鑄造時のアルミニウム合金の力学的挙動およびその支配因子について、下記の観点からレビューする。これにより、鑄造時のアルミニウム合金の力学挙動に関する特徴を整理して、凝固割れ欠陥を予測するという観点から解決すべき課題の抽出を行う。

- ・固液共存状態におけるアルミニウム合金の流動応力のひずみ速度依存性(2.3.1項)
- ・固液共存状態における合金の構成モデル(2.3.2項)

- ・種々のアルミニウム合金の固液共存状態における流動応力の温度・固相率依存性(2.3.3 項)
- ・固/液界面における二面角と固相结合率(2.3.4 項)
- ・凝固過程に晶出する金属間化合物相が凝固割れ及び力学特性に及ぼす影響(2.3.5 項)

調査視点③ 車体構造部品用非熱処理型 Al-Mg 系合金開発に関する従来研究(2.4 節)

合金組成の制御により凝固割れ欠陥を防止することが望まれており、種々の合金系に対して添加元素が凝固割れ感受性に及ぼす影響の調査が世界的に行われている。本研究では、第 1 章で示した車体構造部品用の非熱処理型 Al-Mg 系合金ダイカストについて、合金元素が機械的性質(引張強度, 破断伸び, 耐力)および凝固割れ感受性に及ぼす影響をまとめる(2.4.1 項, 2.4.2 項)。これにより、従来までに開発された合金の特徴の整理と課題の抽出を行う。

以上の調査視点によるレビューから得られた知見と課題を基に本研究の課題群を抽出する(2.5 節)。各調査視点に対する従来文献調査に使用した検索ワードと検索エンジンを **Table 2.1.1~3** にまとめる。

Table 2.1.1 Search conditions for literature reviews (part 1).

1. Theory of hot tearing initiation and criteria for the occurrence of hot tearing (Section 2.2)		
<i>Search engine</i> : Scopus, Web of Science, SciFinder-n, JDream-III		
<i>Search scope</i> : 1960 ~ 2022		
<i>Key words</i> : All (title, abstract, keywords, and manuscript)		
<i>Logical operator</i> : [Word 1] AND [Word 2] AND [Word 3]		
Word 1	Word 2	Word 3
Mushy (zone)	Defect	Modeling
Semi solid (state)	Crack	Process parameter
Cast	Porosity	Grain structure
Casting	Hot tear	Simulation
Solidification	Solidification cracking	Computer
Melting		

Table 2.1.2 Search conditions for literature reviews (part 2).

2. Mechanical behavior and constitutive behavior of aluminum alloys during solidification (Section 2.3)		
<i>Search engine</i> : Scopus, Web of Science, SciFinder-n, JDream-III		
<i>Search scope</i> : 1960 ~ 2022		
<i>Key words</i> : All (title, abstract, keywords, and manuscript)		
<i>Logical operator</i> : [Word 1] AND [Word 2]		
Word 1	Word 2	
Mushy (zone)	Tensile properties	Viscoplastic
Semi solid (state)	Mechanical properties	Constitutive behavior
Cast	Rheology	Constitutive equation
Aluminum	Strain rate	Constitutive model
Solidification	Creep	
Melting	Viscous	

Table 2.1.3 Search conditions for literature reviews (part 3).

3. Development of non heat treatment Al-Mg die casting alloys for automotive body structure (Section 2.4)		
<i>Search engine</i> : Scopus, Web of Science, SciFinder-n, JDream-III		
<i>Search scope</i> : 1960 ~ 2022		
<i>Key words</i> : All (title, abstract, keywords, and manuscript)		
<i>Logical operator</i> : [Word 1] AND [Word 2] AND [Word 3]		
Word 1	Word 2	Word 3
Aluminum alloys	Die cast	Mechanical properties
Aluminium alloys	Die casting	Tensile properties
Al-Mg	As cast	Elongation
	Non heat treatment	Ductility
		Hot tear
		Crack
		Microstructure
		Automobile

2.2 凝固割れ欠陥発生メカニズムと凝固割れ予測指標およびクライテリアに関する従来研究

2.2.1 凝固割れ欠陥発生のメカニズム

凝固割れは鋳造時の固液共存域(液相線から固相線間の領域)に生じる不可逆的な破壊である。固液共存域はスラリー状態とマッシー状態の2種類に分けられる。スラリー状態とは、晶出した固相が液相中に浮遊しているような低固相率状態である。マッシー状態とは、固相同士が互いに結合したスケルトンが形成された高固相率状態である。凝固割れはマッシー状態で発生しやすいことが知られており、固相間の液膜中で割れの起点が形成してそれが伝播する現象である[1-6]。凝固割れの発生に関する物理現象は、**Fig. 2.2.1** に示すように、合金の凝固プロセスにおける液相の圧力損失と液相の透過性に基づいて下記のように説明されている[1,4,6];

- 1) *Mass feeding*: 液相と固相の双方が自由に動くことができる状態。この状態では凝固割れは生じない。この現象はスラリー状態(*Slurry*)で生じる。
- 2) *Inter-dendritic feeding*: 液相が凝固割れの起点に供給されやすい状態。凝固域のある時点から固相同士が相互に接触を始める。液相はその固相同士の間隙を透過する。凝固収縮による固相間隙の液相圧力の低下が凝固割れの起点となる気孔(*pore*)を形成させるが、この段階では液相の透過性がまだ十分に大きく、発生した気孔に対して液相が供給される(*healing*)ため、凝固割れの起点形成を防ぐことができる。この現象は **Fig. 2.2.1** のスラリー状態後期からマッシー状態(*Mushy*)初期で生じる。
- 3) *Inter-dendritic separation*: 残留液相が固相間隙に孤立することで気孔の形成や凝固割れ伝播が生じやすい状態。凝固の進行に伴い固相同士のスケルトン構造が形成されると、スケルトン構造の間隙で残留液相が孤立する。すなわち、液相の透過性が小さくなる(*healing* が起きにくい)ことを意味する。かつ固相の熱収縮や凝固収縮による応力やひずみが固相同士の結合界面に生じる。そのため、気孔の形成や凝固割れの伝播が生じやすい。この現象は **Fig. 2.2.1** のマッシー状態中期で生じる。
- 4) *Inter-dendritic bridging*: 固相のスケルトン構造がかなりの強度を持つ状態。合金に生じる応力やひずみの程度によっては凝固割れが生じることがある。マッシー状態後期で生じる。凝固割れが発生しやすいのは主にマッシー状態中後期であることがわかる。凝固割れ形成過程に生じる物理現象を **Fig. 2.2.2** にまとめた[4,6]。これらの現象を基に凝固割れの指標やクライテリアが従来までに提案されてきた。

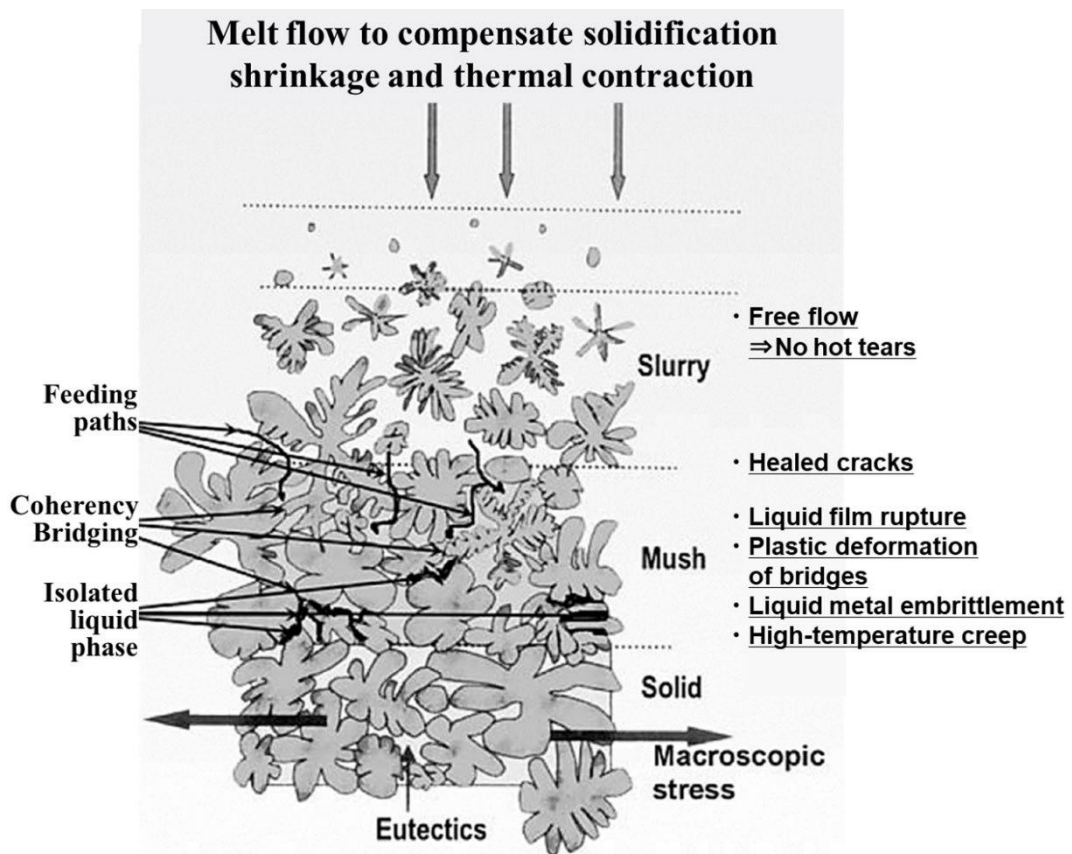


Fig. 2.2.1 Different length scales of equiaxed dendritic solidification along with suggested hot tearing mechanisms [1,4,6].

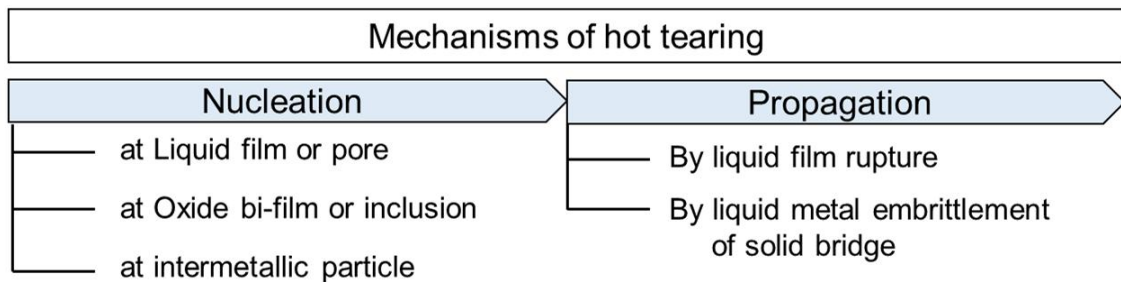


Fig. 2.2.2 Summary of mechanisms of hot tearing [4,6].

2.2.2 凝固割れの指標およびクライテリア

従来までに報告されてきた凝固割れの発生要因については **Fig. 2.2.3** のようにまとめられる [1-5]. 温度勾配といった「熱的要素」や熱応力, 熱ひずみといった「力学的要素」など複数の要素が影響し合うことで凝固割れは発生することがわかる.

Fig. 2.2.3 に基づき, 凝固割れ予測のための指標 (Index) やクライテリア (Criteria) が提案されてきた. 相対的に割れやすい箇所を予測するものが”Index”であり, その箇所で割れるか否かを判断するものが”Criteria”である. これまでに提案されたものは, 「非力学的要素に基づく指標およびクライテリア」と「力学的要素を考慮した指標およびクライテリア」に大別することができる[4,6,7]. 前者[8-15]は, 凝固収縮率や脆性温度域といった熱的要素や冶金的要素によって構成されている. 一方で後者[16-28]は, 凝固過程に生じる応力やひずみ, ひずみ速度などを考慮している. 下記にそれぞれのクライテリアの代表例および特徴をまとめる.

Conditions and causes of hot tearing		
Macroscopic	Mesoscopic	Microscopic
Solidification shrinkage	Thermal stress	Local thermal stress
Thermal contraction	Thermal strain	Local thermal strain
	Strain rate	Local pressure drop
	Critical pressure drop over the mush	
	Insufficient feeding	

Fig. 2.2.3 Summary of conditions and causes of hot tearing [4,6].

【非力学的要素に基づく指標およびクライテリア】

Table 2.2.1 に非力学的要素に基づく指標およびクライテリアをまとめる。

Clyne と Davies の指標[8]は、凝固の最終段階(Fig. 2.2.1 のマッシー状態中後期)における液相ヒーリング能が低下して固相同士が乖離することで凝固割れが形成する、という理論に基づいている。凝固進行に伴って隣接する固相同士が結合(ブリッジ)すると、ヒーリング能の低下(凝固割れ起点の形成)と固相間剥離(凝固割れの進展)が生じる。ヒーリングにより熱応力が緩和される時間幅 t_R と剥離が生じる脆弱な時間幅 t_V の比を凝固割れ指標とした (Fig. 2.2.4, Eq. (2.2.1)). しかしながら、応力緩和域は固相率 f_s が 0.40 ~ 0.90, 脆性域は f_s が 0.90 ~ 0.99 と一意的に定められている。合金組成や铸造条件の変化を考慮できるのか疑問が残る。

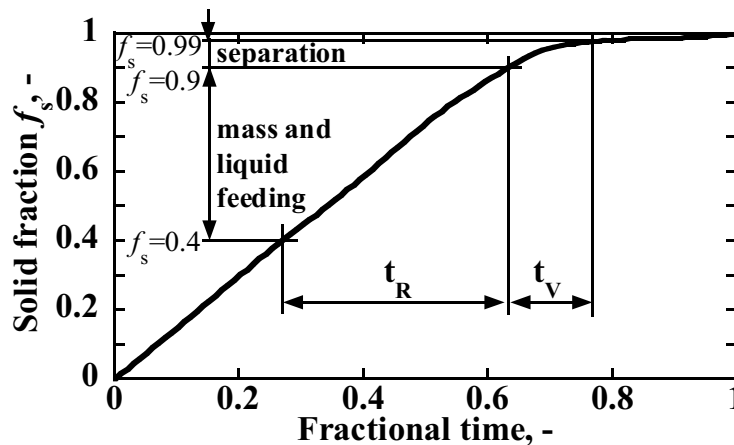


Fig. 2.2.4 Clyne and Davies's method for determining the stress relief period (t_R) and the vulnerable period (t_V) [8].

凝固過程における液相供給の不足が凝固割れを引き起こす、という理論に基づく指標が Feurer ら[9]と Niyama ら[10]によって提案されている。Feurer らの指標 (Eqs. (2.2.2),(2.2.3)) が想定する凝固組織を Fig. 2.2.5(a)に示す。デンドライト柱状晶の間隙における凝固収縮と液相供給に着目しており、単位体積当たりの最大体積流量 (SPV)と固相と液相の密度差によって生じる体積凝固収縮の速度 (SRG) のバランスにより凝固割れを予測する指標となっている。Fig. 2.2.5(b)に Al-5%Si 合金の SPV と SRG の算出結果を示す。613 °C以下は凝固割れに対する液相供給能力が不足 ($SPV < SRG$) するため凝固割れが生じやすいと読み取れる。Niyama らの指標 (Eqs. (2.2.4),(2.2.5)) が想定する凝固組織を Fig. 2.2.6 に示す。デンドライトの根本に向かって液相の内圧が低下すると仮定して、Eq. (2.2.4)に示すモデルを提案してい

る。内圧降下は G/\sqrt{R} (一般的に Niyama パラメータと称される) の関数となっており、温度勾配が大きいほど内圧降下による気孔が発生しやすいことが示されている。また合金の凝固温度範囲 $\Delta\theta_c$ が大きいほど気孔が発生しやすいこともわかる。しかしながら、このモデルは柱状晶組織を仮定しており、微細化剤を添加した組成および共晶組成に適用できるかは不明である。

Katgerman[11]が提案した指標は、Clyne と Davies[8]と Feurer ら[9]の指標を組み合わせて導出されている (Eq. (2.2.6))。 t_{cr} は液相供給が不十分になる時間で、Feurer らの指標における $SPV = SRG$ となる時間と定義されている。 t_{cr} の導入により、Clyne と Davies のモデルに比べて合金組成や鑄造条件の影響を相対的に考慮できるようになっている。

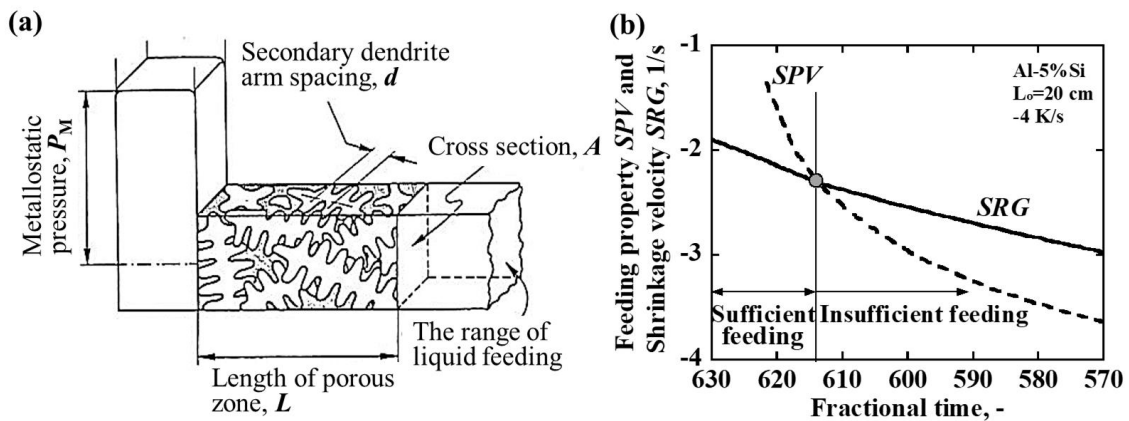


Fig. 2.2.5 Feurer's criteria: (a) schematic diagram of solidification microstructure, (b) comparison of SPV and SRG [9].

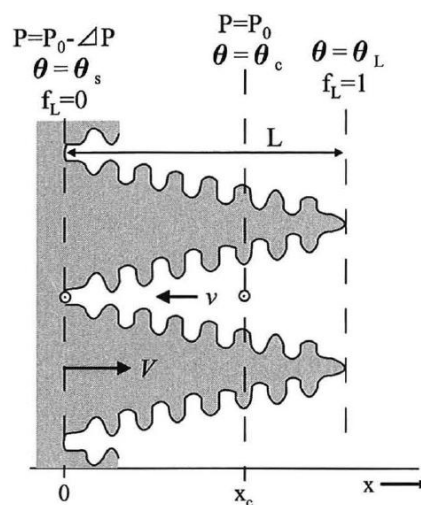


Fig. 2.2.6 Schematic diagram of microstructure postulated by Niyama criteria [10].

Morishita ら[12]は、DC 短形スラブに対して 2 つの凝固割れ発生モード(**Fig. 2.2.7**)を想定し、脆性域(Brittle range, BR: $0.75 \leq f_s \leq 0.95$)における温度差とひずみ速度差に着目した凝固割れ指標をそれぞれに対して提案している。**Fig. 2.2.7(a)**に示す Crack mode Z では、収縮ひずみ $\alpha\Delta T$ により凝固割れが伝播することを仮定し、脆性域における温度差 ΔT_{BR} を凝固割れの指標とみなしている(**Eq. (2.2.7)**)。 ΔT_{BR} が大きいほど Crack mode Z による凝固割れが生じやすい。 Crack mode Y では、スラブ最表面近傍における引張ひずみにより割れの起点が発生すると仮定して、脆性域における固相率に対する温度勾配の差($R_1 - R_2$)を ΔT_{BR} で割った値を指標(**Eq. (2.2.8)**)としている。この値が大きいほど Crack mode Y による割れが生じやすい。Morishita らは上記の指標によりアルミニウム展伸合金の凝固割れ感受性を予測し、実際の短形スラブに生じる凝固割れ感受性とよい対応を示すことを示している。

Easton ら[13]は、デンドライト間隙の液相透過率の逆数を用いた **Eq. (2.2.9)**の指標と、Clyne ら[8]の指標を参考に導いた **Eq. (2.2.10)**の指標を提案している。**Eq. (2.2.9)**の指標は液相透過率が小さいほど凝固割れが生じやすいことを意味している。Kouは、固相率と温度の関係から液相のヒーリング能と凝固収縮によるひずみ速度の関係を導き、ヒーリング能がひずみ速度を下回る場合に凝固割れが形成されるとした凝固割れクライテリアの構築を試みた[14]。そのクライテリアに含まれる **Eq. (2.2.11)**を凝固割れ予測指標として提案している[14]。その後、その指標は **Eq. (2.2.12)**に改良されている[15]。

Table 2.2.1 より、非力学的要素に基づく指標およびクライテリアは温度 T または固相率 f_s がわかれば用いることができることがわかる。一方で、凝固割れの発生を相対的に評価する「指標」がほとんどで、非力学的要素に基づく「クライテリア」は皆無である。

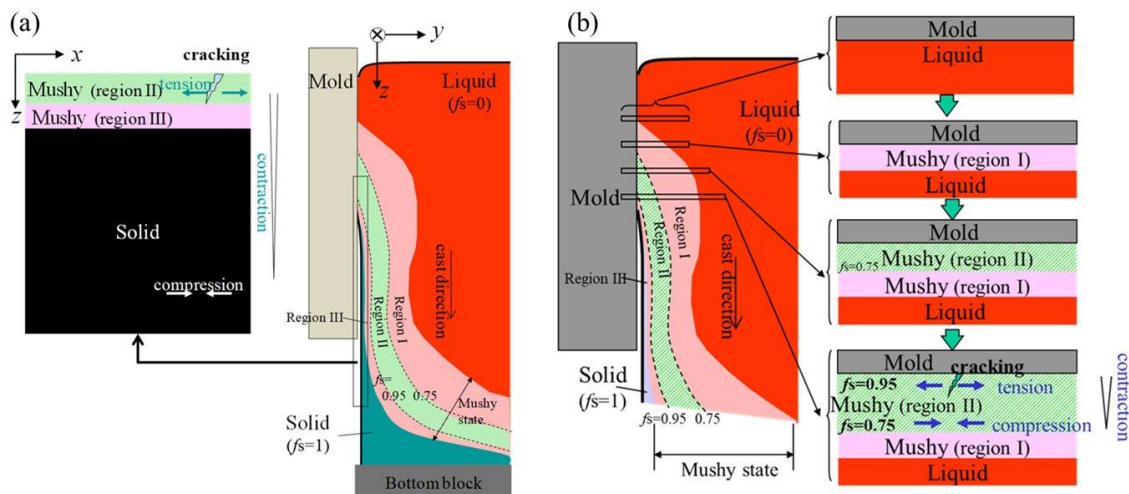


Fig. 2.2.7 Schematic diagram of crack modes postulated by Morishita's index [12].

Table 2.2.1 Summary of hot tearing criteria based on non-mechanical.

Type	Author(s)	Mathematical Expression	Comments
Index	Clyne & Davies [8]	$HCS = \frac{t_V}{t_R} = \frac{t_{99} - t_{90}}{t_{90} - t_{40}} \quad (2.2.1)$	<p>t_V: vulnerable time period (hot tearing susceptibility) t_R: time available for stress relief process (mass feeding and liquid feeding) t_{99}, t_{90}, and t_{40}: the time at the solid fraction $f_s=0.99$, 0.90, and 0.40, respectively</p>
Index	Feurer et al. [9]	<p>If $SPV < SRG$, hot tearing is possible</p> $\bullet SPV = \frac{f_l^2 d^2 P_s}{24 \pi c^3 \eta L^2} \quad (2.2.2)$ <p> $P_S = P_0 - P_M - P_C$ $P_M = \bar{\rho} g h$ $\bar{\rho} = \rho_l f_l + \rho_s f_s$ </p> $\bullet SRG = \left(\frac{\partial \ln V}{\partial t} \right) = -\frac{1}{\bar{\rho}} \cdot \frac{\partial \bar{\rho}}{\partial t} \quad (2.2.3)$ $= \frac{(\rho_0 - \rho_s + a k C_1) \cdot \dot{T} \cdot f_l^{(2-k)}}{\bar{\rho} (1-k) m_1 C_0}$	<p>SPV: maximum volumetric flow rate through network SRG: volumetric solidification shrinkage d: S-DAS P_S: feeding pressure P_0, P_M, and P_C: atmospheric, metallostatic, and capillary pressure L: length of porous network c: tortuosity constant η: viscosity of liquid phase ρ_0, ρ_s, ρ_l: densities of aluminum at melting point, solidus, and liquidus a: composition coef. of liquid density C_1: the composition of the liquid at the solid-liquid interface C_0: alloy composition k: equil. distr. coef. m_1: slope of the liquidus \dot{T}: average cooling rate of primary solid phase.</p>

Table 2.2.1 Summary of hot tearing criteria based on non-mechanical.

Type	Author(s)	Mathematical Expression	Comments
Index	Niyama et al. [10]	$\Delta P = \left(\frac{\mu\beta'(\theta_c - \theta_s)}{\alpha} \right) \left(\frac{R}{G^2} \right)$ $= \left(\frac{\mu\beta'\Delta\theta_c}{\alpha} \right) \left(\frac{R}{G^2} \right)$ $= M \cdot (G/\sqrt{R})^{-2} \quad (2.2.4)$ $\beta' = \beta/(1 - \beta)$ $G/\sqrt{R}: \text{Niyama parameter} \quad (2.2.5)$	<p>ΔP: the pressure drop μ: the viscosity of the liquid phase β: the solidification shrinkage ($=(\rho_s - \rho_l)/\rho_s$) $\theta_c, \theta_s, \theta_l$: the temperature of certain, solidus, and liquidus α: constant of proportionality relating the liquid fraction to the permeability R: the cooling rate ($\approx (\theta_l - \theta_s)/t_f$) G: the temperature gradient</p>
Index	Katgerman [11]	$HCS = \frac{t_{99} - t_{cr}}{t_{cr} - t_{40}} \quad (2.2.6)$	<p>t_{cr}: the time when after-feeding is inadequate. t_{cr} is determined by Feurer's criterion when $SPV = SRG$</p>
Index	Morishita et al. [12]	<p>In BTR ($0.75 \leq f_s \leq 0.95$)</p> <p>Crack mode Z: $[\Delta l/l]_{BR} = \alpha \cdot \Delta T_{BR} \Leftrightarrow \varepsilon_c$ $HTI_Z = \Delta T_{BR} = T_1 - T_2 \quad (2.2.7)$</p> <p>Crack mode Y: $\frac{\partial \ln l}{\partial t} \propto \frac{\partial T}{\partial f_s} \Leftrightarrow \dot{\varepsilon}_c$ $HTI_Y = \frac{\Delta R_{BR}}{\Delta T_{BR}}$ $= (R_1 - R_2)/\Delta T_{BR} \quad (2.2.8)$</p>	<p>α: Thermal expansion coefficient R: cooling rate</p>
Index	Easton et al. [13]	$HCS = \int_{T_0}^{T_{co}} \frac{f_s^2}{(1 - f_s)^2} dT \quad (2.2.9)$ $HCS = \int_{T_0}^{T_{co}} f_s dT \quad (2.2.10)$	<p>T_{co}: the temperature at which coherency occurs T_0: the temperature at which coalescence has been achieved</p>
Index	Kou et al. [14]	$HCS = \frac{dT}{d(f_s^{0.5})} \quad (2.2.11)$	
Index	Kou et al. [15]	$HCS = dT/d(f_s^{0.5}) _{\text{peak}} \quad (2.2.12)$	

【力学的要素を考慮した指標およびクライテリア】

力学的要素を考慮した指標およびクライテリアには「Stress-based」, 「Strain-based」, 「Strain rate-based」がある. 各指標およびクライテリアについてレビューする.

「Stress-based」

応力に基づく凝固割れのクライテリアは, 半凝固状態の金属に発生する応力とその金属の強度 $\sigma_{\max}(=f(T,\dot{\epsilon}))$ を超えると破壊する, というに理論に基づいている. **Table 2.2.2** に応力ベースのクライテリアをまとめる.

Novikov ら[16], Dickhaus ら[17], Lahaie & Bouchard [18]は, 粒界に存在する液相の強度をクライテリアとするモデルを提案している. 彼らが想定する凝固組織の模式図を **Fig. 2.2.8** に示す. 薄い液膜で隔てられた平行な 2 枚の板(固相)を引きはがすのに必要な応力を液相の強度と定義している. Novikov ら[16]は液膜厚さ d と表面張力 γ を用いたモデル (**Eq. (2.2.13)**) を提案した. Dickhaus ら[17]は平行な平板を引きはがす応力について, 固相の半径 R や液相の動粘性係数 η を考慮したモデル (**Eq. (2.2.14)**) を提案した. Lahaie と Bouchard[18]は, **Eq. (2.2.14)** を拡張したモデル (**Eq. (2.2.15)**) を提案しており, このモデルはパラメータ m を調整することで等軸晶および柱状晶の双方に適用できる(等軸晶: $m=1/3$, 柱状晶: $m=1/2$). これらのクライテリアは, 液相が粒界に連続して液膜状態で存在する組織(マッシー状態初期)を想定している. マッシー状態後期など固相同士が結合している固液共存状態では, 凝固割れが固相結合部を乖離させながら進展する必要がある. そのため, 固相同士が結合している状態に適用できるか明らかではない.

破壊力学における亀裂進展理論(Griffith 理論)を適用した応力ベースの凝固割れクライテリアが提案されている[19,20]. Griffith 理論は部材内部の欠陥や亀裂を応力集中源, 破壊の起点とみなす. 報告されたクライテリア[19,20]では, 凝固末期の残留液相を亀裂の起点とみなしている. Suyitno ら[19]のクライテリア(*SKK* クライテリア)を **Eqs. (2.2.16), (2.2.17)** に示す. 凝固過程に発生した気孔のサイズ d が臨界サイズ a_{crit} を超えるときに凝固割れが伝播することを示している. しかしながら, *SKK* クライテリアは液相が粒界に連続して液膜状態で存在する組織を仮定している. この点について, Bai ら[20]は凝固過程における固相と液相の接触面積率 f_{LGB} と固相同士の結合面積率 $1-f_{\text{LGB}}$ の温度依存性を考慮することで *SKK* クライテリアを改良した (**Eq. (2.2.18)**). Bai ら[20]の報告をみると, 改良 *SKK* クライテリアで算出された凝固割れ感受性は, Suyitno らの *SKK* クライテリアとは異なり, 固相線付近(マッシー状態の後期)における凝固割れ感受性の傾向を再現できると報告している.

Table 2.2.2 Summary of hot tearing criteria based on stress.

Type	Author(s)	Mathematical Expression	Comments
Criteria	Novikov [16]	$\sigma_{fr} = \frac{2\gamma}{b} \quad (2.2.13)$	σ_{fr} : the fracture stress γ : the surface tension b : the film thickness
Criteria	Dickhaus et al. [17]	$F_z = \frac{3\pi\eta R^4}{8t} \left(\frac{1}{b_1^2} - \frac{1}{b_2^2} \right) \quad (2.2.14)$ $b = \frac{(1 - f_s)d}{2}$	F_z : the force required to increase the film thickness from b_1 to b_2 η : the dynamic viscosity R : the radius of a plate t : the time required to increase the film thickness from b_1 to b_2 f_s : the solid fraction d : the average thickness of a solidifying grain
Criteria	Lahaie et al. [18]	$\sigma_{fr} = \frac{4\eta}{3b} \left(1 + \left(\frac{f_s^m}{1 - f_s^m} \right) \varepsilon \right)^{-1} \quad (2.2.15)$	$m=1/3$: equiaxed structure $m=1/3$: columnar structure
Criteria	Suyitno et al. [19] (SKK criteria)	Cavity nucleation: $d = \sqrt[3]{\left(\frac{3}{2\pi} f_v C d_g^3 \right)} \quad (2.2.16)$ Critical cavity size: $a_{crit} = 4\gamma_l \frac{E}{\pi\sigma^2} \quad (2.2.17)$ Hot tearing susceptibility: $HTS = d / a_{crit}$ If $HTS > 1$, hot tearing will occur.	d : the cavity size f_v : the cavity fraction C : the packing parameter: (FCC: $2\sqrt{2}$, BCC: $8/3\sqrt{3}$) d_g : the grain size a_{crit} : the critical cavity size γ_l : the liquid surface energy E : the young's modulus of the semi solidified material σ : the tensile stress
Criteria	Bai et al. [20]	Modified SKK criteria: $a_{crit} = 4[\gamma_l f_{LGB} + U_s(1 - f_{LGB})] \frac{E}{\pi\sigma^2} \quad (2.2.18)$ $U_s = \gamma_s + \gamma_p \cong 5\gamma_l$	γ_l : the liquid surface energy γ_s : the solid surface energy γ_p : the energy associated with plastic deformation U_s : the solid energy term f_{GB} : the fraction of the grain boundary area covered by the liquid phase

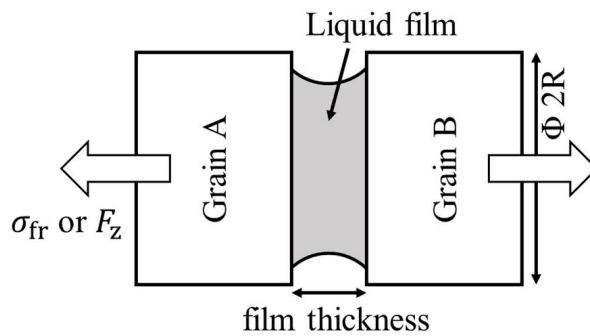


Fig. 2.2.8 Model of two grains separated by a liquid metal film.

「Strain-based」

ひずみベースのクライテリアは Novikov[16]によって提案された半凝固状態の延性曲線 ($\epsilon_p = f(T)$) が基盤となっている。Novikov のクライテリアでは、半凝固状態の鋳物の塑性限界 p_r を指標に用いている[16]。塑性限界 p_r は、脆性域の温度幅 ΔT_{br} と線形近似した鋳物の凝固収縮ひずみ ϵ_{sh} の平均積分値と破断伸び ϵ_p との差 S の比で表されている (Fig. 2.2.9)。鋳物の凝固収縮ひずみが Fig. 2.2.9(a)のように延性曲線と交差しないか Fig. 2.2.9(b)のように交差するかによって、それぞれ異なるクライテリア (Eqs. (2.2.19), (2.2.20)) が提案されている。どちらのクライテリアにおいても、 p_r が 0 を下回ると凝固割れが発生することを意味している。

Magnin ら[21]は、Novikov[16]と同様に半凝固状態の合金の延性曲線を用いた凝固割れ予測を行っている。彼らは、熱応力解析で得られた最大主ひずみの塑性成分 ϵ_{11}^p が実験的に得られた破断ひずみ ϵ_{fr} を超えたときに凝固割れが発生することを提案している (Eq. (2.2.21))。Magnin ら[21]が解析した DC 鋳造の鋳造速度変化が凝固割れ発生リスクに及ぼす影響を Fig. 2.2.10 に示す。鋳造速度が速いほど凝固割れが発生しやすいことが示されており、この傾向は実操作的な経験と一致すると報告されている。Zhao ら[22]、藤井ら[23]も半凝固状態の延性曲線をクライテリアとして採用した凝固割れの予測を実施している。

Table 2.2.3 Summary of hot tearing criteria based on strain.

Type	Author(s)	Mathematical Expression	Comments
Criteria	Novikov [16]	<p>If ϵ_p and ϵ_{sh} curves cross in the brittle temperature</p> $P_{r(a)} = \frac{S}{\Delta T_{br}} \quad (2.2.19)$ $P_{r(b)} = \frac{S_2 - S_1}{\Delta T_{br}} \quad (2.2.20)$	<p>P_r: reserve of plasticity in the solidification range ΔT_{br}: the brittle temperature range S: the difference between the average integrated value of the elongation to failure (ϵ_p) and the linear shrinkage/contraction (ϵ_{sh}) S_1: the area between the (ϵ_p) and (ϵ_{sh}) curves S_2: the area in which in the (ϵ_p) and (ϵ_{sh}) curves cross in the brittle temperature range</p>
Criteria	Magnin [21]	$\epsilon_{11}^p > \epsilon_{fr} \quad (2.2.21)$	<p>ϵ_{11}^p: the principle plastic strain ϵ_{fr}: the experimentally determined fracture strain</p>

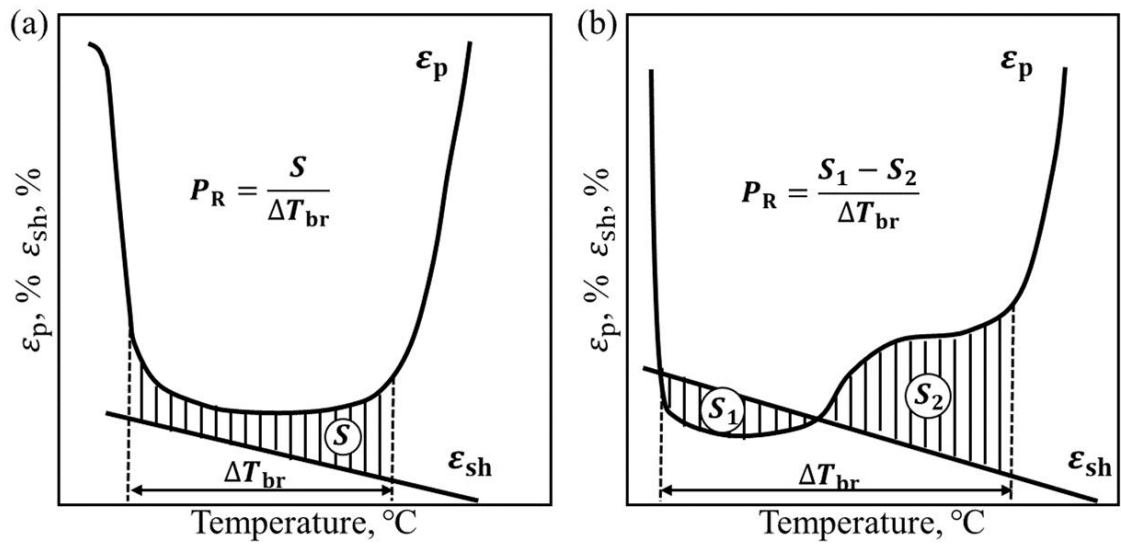


Fig. 2.2.9 Two types of temperature dependence of elongation to failure (ϵ_p) and linear shrinkage (ϵ_{sh}) in the semi-solid temperature range [16].

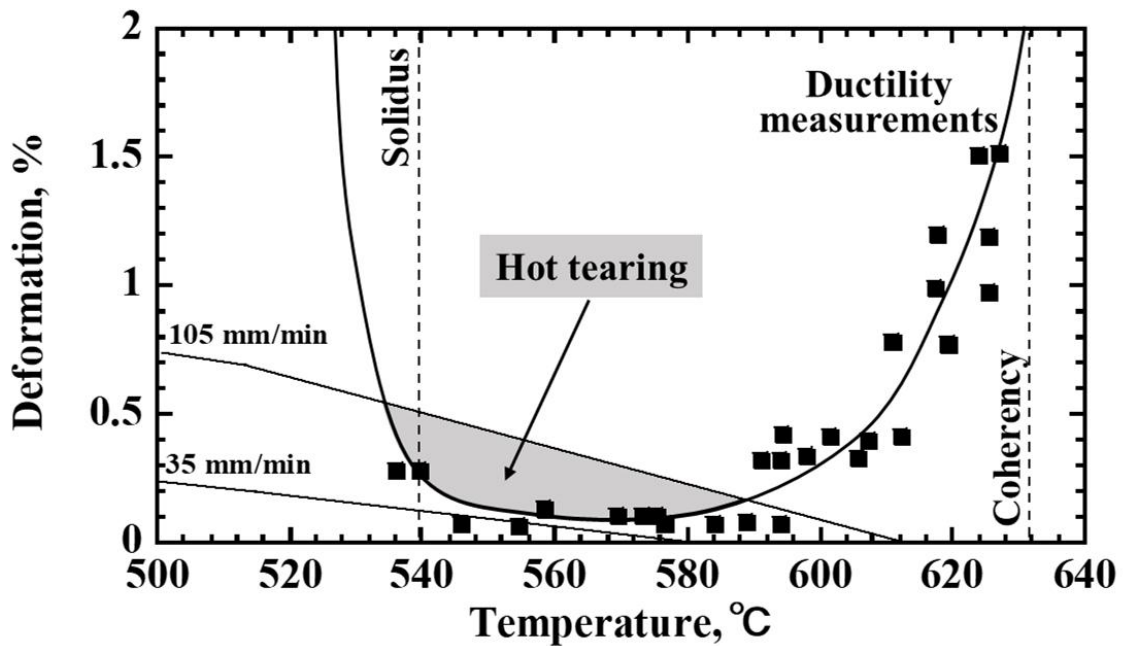


Fig. 2.2.10 Prediction of hot cracking risk by comparison of ductility in semi-solid state with computed strain in the center of the billet for two different casting speeds [21].

「Strain rate-based」

ひずみ速度ベースの指標およびクライテリアの一覧を **Table 2.2.3** に示す。Prokhorov[24]は、Novikov[16]と同様に延性曲線を用いて、ひずみ速度ベースのクライテリアを提案している。凝固過程における合金には、延性が小さく脆性的な温度域 (Brittle Temperature range: *BTR*) が存在する (**Fig. 2.2.11**)。この *BTR* においてひずみ曲線 *e* と延性曲線 *D* が交わるか否かで凝固割れが発生するか否かの判断ができる。Prokhorov らは Fig. 2.2.11 より、ひずみ速度と延性曲線を用いたクライテリア (**Eq. (2.2.22)**) を提案した。このクライテリアはひずみ速度を用いている点以外は基本的に Novikov ら[16]のクライテリアとほとんど等しい。

Rappaz ら[25]は、凝固収縮による気孔発生に関するクライテリアを提案した (**Eq. (2.2.23)**)。凝固過程における液相の内圧低下 Δp が内圧の臨界値 Δp_c を超えるときに気孔が発生するというものである。Niyama ら[10]のクライテリアで考慮されていた凝固収縮 (**Eq. (2.2.5)**の右辺第二項)に加えて、鑄型や先行凝固部で拘束されることによって発生するひずみ速度が考慮されており、この点で Niyama らのクライテリアより精度の高いモデリングとなっていると言える。Rappaz らのクライテリアは柱状晶組織に対して導出されている。Grandfield ら[26]は、RDG モデルを等軸晶組織に適用できるように拡張している (**Eq. (2.2.24)**)。

鑄物に生じる非弾性体積ひずみ速度を用いて凝固割れの起点となるポロシティの形成を予測する指標 (Porosity due to Solidification Deformation) が提案されている[27]。この指標は、割れるか割れないかのクライテリアにはなっていないが、欧米における Shape casting の凝固割れ予測研究に用いられるケースが多い[28,29]。

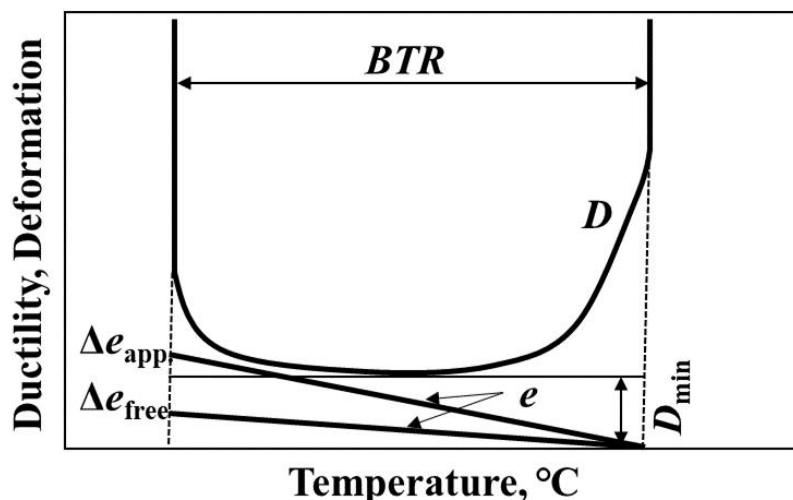


Fig. 2.2.11 Ductility of semi-solid alloys and strain caused by linear shrinkage and configuration of the semi-solid body [23].

凝固割れ指標とクライテリアのまとめ

Tables 2.2.1~2.2.4 を見ると、「非力学的要素に基づく指標およびクライテリア」として相対的に割れやすい箇所を予測する”Index”が提案されていた。これらの Index の多くは、凝固割れの起点である気孔の発生を数理的にモデリングしている。一方、「力学的要素を考慮した指標およびクライテリア」では、その箇所で割れるか否かを判断する”Criteria”が多く報告されている。気孔の発生のみならず、力学的作用による凝固割れ進展までモデリングしている。特に Shape casting においては、鋳物形状がより複雑化しており、凝固割れの駆動力となる熱応力や熱ひずみが DC 鋳造時よりも大きくなることが予想される。従来の高圧ダイカストの凝固割れ予測研究を見ても、半凝固状態の延性曲線[23]や PSD[28]、相当塑性ひずみや主応力などの力学的要素に基づくものを指標やクライテリアとしている。したがって、特に Shape casting の凝固割れ予測においては、力学的要素を考慮した指標やクライテリアを用いる必要があることが示唆される。

Fig. 2.2.12 にそれぞれを用いる場合の凝固割れ予測の解析フロー[30]を示す。前者を用いる場合は流動凝固熱解析(温度 T , 時間 t , 固相率 f_s)が必要だが、後者の場合は流動凝固解析だけでなく熱応力解析(温度 T , 時間 t , 固相率 f_s , 熱応力 σ , 熱ひずみ ϵ)も必要になる。後者による予測精度は、熱応力解析の精度に依存する。その解析精度は、半凝固状態の合金の力学挙動を模擬する構成モデルに依存する。したがって、力学的要素を考慮した指標やクライテリアを用いた凝固割れ予測の予測精度向上には、実験的根拠のある構成モデルが不可欠であることが示唆される。

【凝固割れの指標およびクライテリアに関する従来研究の特徴と課題】

- ・従来までに提案された凝固割れの指標およびクライテリアは非力学的要素に基づくものと力学的要素を考慮したものの2種に大別される。
- ・非力学的要素に基づくものは相対的に割れやすい箇所を予測する”Index”である。一方で力学的要素に基づくものはその箇所で割れるか否かを判断する”Criteria”である。
- ・力学的要素を考慮した指標およびクライテリアを用いた凝固割れ予測を行うためには、流動凝固熱応力解析が必要であり、そのためには実験的根拠のある構成モデルが不可欠である。

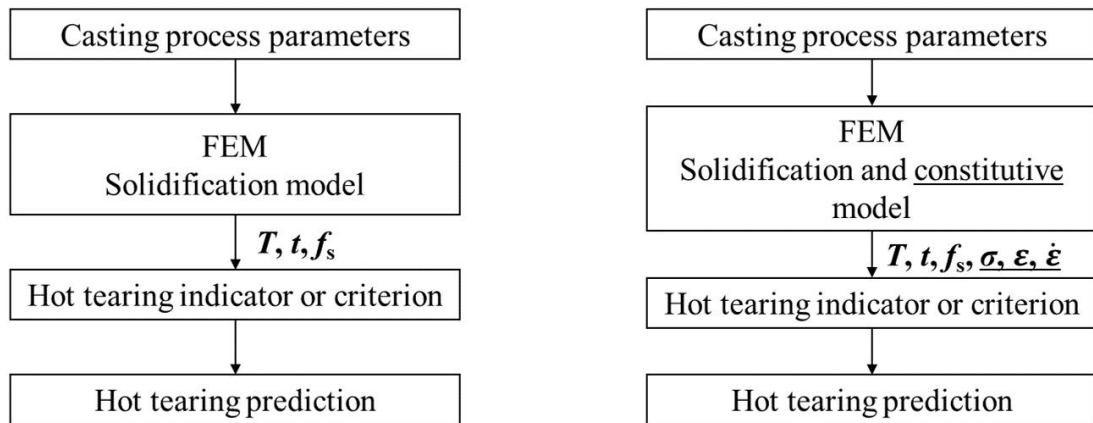


Fig. 2.2.12 General schemes in the computation of the hot cracking susceptibility. Left: non-mechanical criteria; right: mechanical criteria including RDG model [30]

2.3 固液共存状態におけるアルミニウム合金の力学挙動

2.2 節で示したように、鋳物内部に発生する熱応力や熱ひずみは凝固割れの駆動力として作用する。そのため、固液共存状態の合金の力学挙動およびそれらを模擬する構成モデルに関する研究が行われてきた。これらの報告に対して下記の観点よりレビューを行い、知見と課題を整理する。

- ・固液共存状態におけるアルミニウム合金の流動応力のひずみ速度依存性(2.3.1 項)
- ・固液共存状態における合金の構成モデル(2.3.2 項)
- ・種々のアルミニウム合金の固液共存状態における流動応力の温度・固相率依存性(2.3.3 項)
- ・固/液界面における二面角と固相结合率(2.3.4 項)
- ・凝固過程に晶出する金属間化合物相が凝固割れ及び力学特性に及ぼす影響(2.3.5 項)

2.3.1 固液共存状態における合金の流動応力のひずみ速度依存性

初めに、固液共存状態の種類について触れる。合金を固液共存状態とする際の温度履歴によって、固液共存状態は「半熔融状態」と「半凝固状態」の2種に分けられる(Fig. 2.3.1)。前者は室温から固液共存域の温度まで合金を昇温させる温度履歴を持つ。それに対して後者は合金を液相線温度以上で完全溶解させた後に固液共存域の温度とする方法である。鋳造時の同様の温度履歴であるのは半凝固状態であることがわかる。また半熔融状態と半凝固状態ではそれぞれの力学挙動が異なることが報告されている[31-33]。以下、固液共存状態の力学特性の取得方法に関しては、半熔融状態か半凝固状態かを明記する。

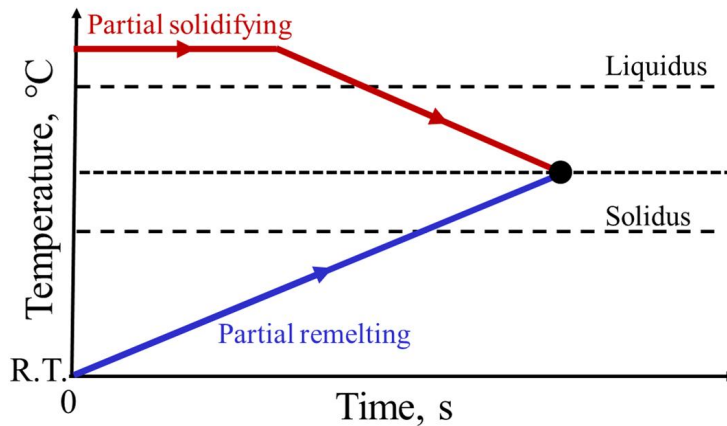


Fig. 2.3.1 Difference in temperature history between partial solidifying and partial remelting.

固液共存状態の合金に発生する流動応力(最大応力)はひずみ速度に依存することが知られている。すなわち、ひずみ速度が大きいほど流動応力が大きくなる、という特性を持つ。この特性を粘性特性と呼ぶ。代表的な粘性モデル(Norton 則)を下記に示す。

$$\dot{\epsilon}_{\text{visco}} = k \cdot \sigma^{n_{\text{eff}}} \left(= \frac{1}{m} \right) \quad (2.3.1)$$

$$k = A \cdot \exp \left(- \frac{Q}{R \cdot T_{\text{abs}}} \right) \quad (2.3.2)$$

$\dot{\epsilon}_{\text{visco}}$ と σ は粘性ひずみ速度と流動応力である。また、 A , Q , R , T_{abs} はそれぞれ、材料定数、活性化エネルギー、気体定数、絶対温度である。 k , n_{eff} , m は粘性特性値であり、それぞれ、材料定数、凝固時の固相と液相の混合体の相当べき乗則指数、応力のひずみ速度感受性である。この固液共存状態における粘性特性が温度及び固相率依存性を持つことは Drezet ら[34] によって明らかにされた。Drezet らが取得した AA1201 合金および AA3104 合金の半溶融状態における粘性ひずみ速度と応力の関係を **Fig. 2.3.2** に示す。両合金において、温度の増加に伴って応力のひずみ速度感受性が大きくなることが示されている。また合金組成によって粘性特性の温度依存性が異なることもわかる。このように固液共存状態の合金は粘性的な力学挙動を示し、かつ粘性特性値は温度及び固相率依存性を持つため、凝固割れ予測のための熱応力解析には粘性モデルを考慮しなければならない。1990 年代後半から、凝固割れ予測のための熱応力解析には **Eq. (2.3.1)** などの粘性モデルが考慮され始めた[7,21,35-39]。

固液共存状態の合金の粘性挙動が温度または固相率によって変化する要因に関して、Iwasaki ら[40]は合金の変形機構の遷移に起因する可能性を指摘している。彼らは半溶融状態における A5056 合金の粘性ひずみ速度と応力の関係から m 値の温度依存性を取得した (**Fig. 2.3.3**)。 m 値は変形機構に対応した値を示すことが知られている。 **Fig. 2.3.3** より、変形機

構の遷移と固液共存状態の m 値の変化について下記の推察をしている。

- 1) 結晶粒界の全面に液相が連続して存在する状態:
合金の変形機構は液膜潤滑すべりであるため、 $m = 1$ を示すはずである。
- 2) 結晶粒界に液相が不連続的に存在する状態:
合金の変形機構は 1) の液膜潤滑すべりから 3) の高温固体状態の変形へと遷移していくはずである。そのため m 値は $m_s < m < 1$ と変化していくと考えられる。
- 3) 固相線直下で凝固が完了した状態:
合金の変形機構は高温固体状態の変形であるため、 $m = m_s$ を示す。

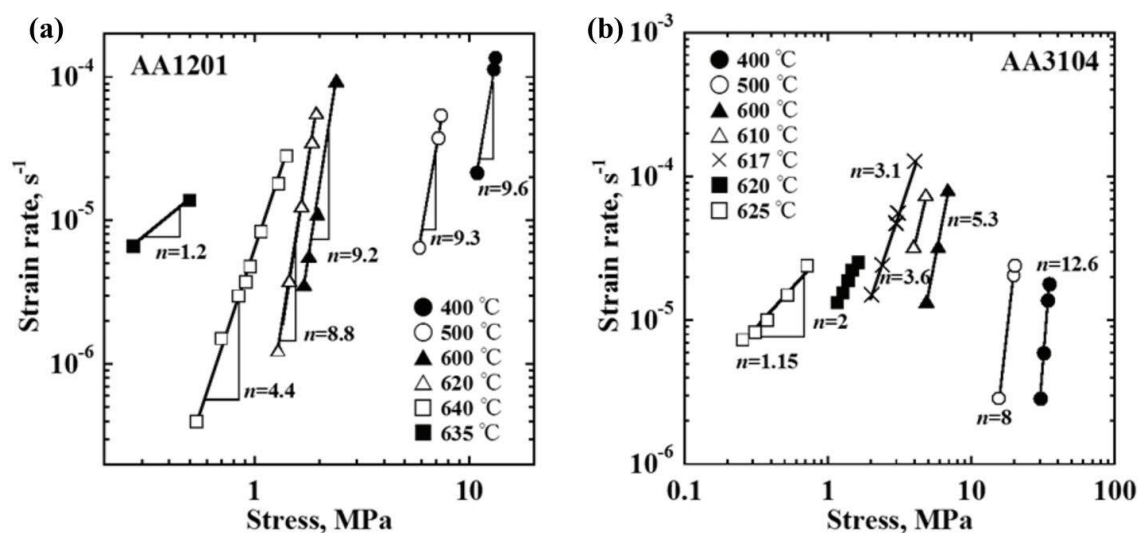


Fig. 2.3.2 Stress dependence of strain rate for (a)AA1201 and (b)AA3104, respectively [39].

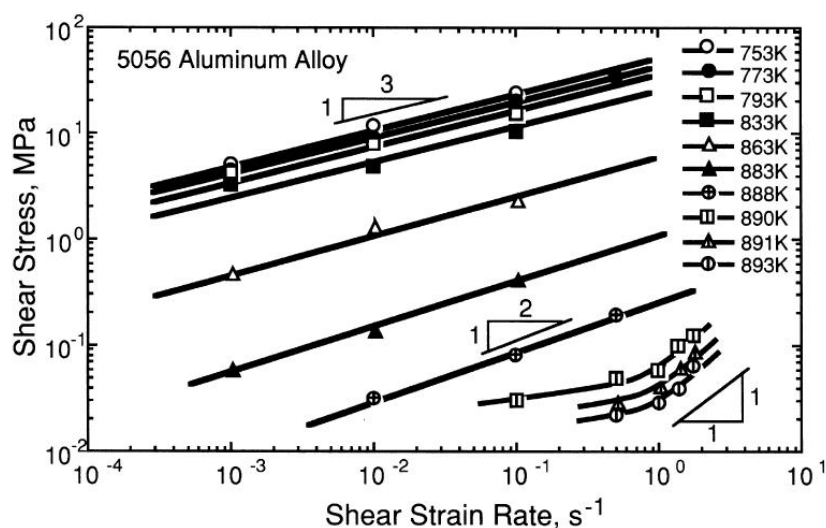


Fig. 2.3.3 The variation in shear as a function of shear strain rate at 753-893K for A5056 [40].

固液共存状態の粘性特性は、結晶粒径、冷却速度、合金種によって異なることが知られている。下記にそれぞれの因子についての従来報告をまとめる。

結晶粒径に関しては、粒径が細かいほど応力のひずみ速度感受性 m 値は大きくなる (n_{eff} 値は小さくなる、すなわち粘性的挙動を示しやすくなる) ことが実験的に明らかになっている [41]。この理由について Takai ら [41] は、結晶粒径が細かいほど半凝固状態における合金の変形機構全体に及ぼす粒界すべり変形の寄与率が増加するためと示唆している。

冷却速度に関しては、Fig. 2.3.4(a) に示すように、冷却速度が速いほど応力のひずみ速度感受性 m 値は大きくなる (n_{eff} 値は小さくなる、すなわち粘性的挙動を示しやすくなる) ことが実験的に明らかになっている [42]。Hirohara らはこの理由について、冷却速度により溶質元素のマイクロ偏析が変化することで同一温度における固相率が変化するためと示している (Fig. 2.3.4(b))。一方で Hirohara らの冷却速度範囲は 0.28 - 0.78 K/s である。しかしながら、Chu ら [43] によると、半連続 casting (DC casting) 時における冷却速度は 0.4 - 10 K/s と報告されており、広原らが調査した冷却速度範囲は DC casting 時の 1/10 に満たない。また、高圧ダイカスト時の冷却速度は ~ 100 K/s であることが知られている。実際の生産条件に近い冷却速度範囲内においても Hirohara らの知見が適用できるか明らかではない。

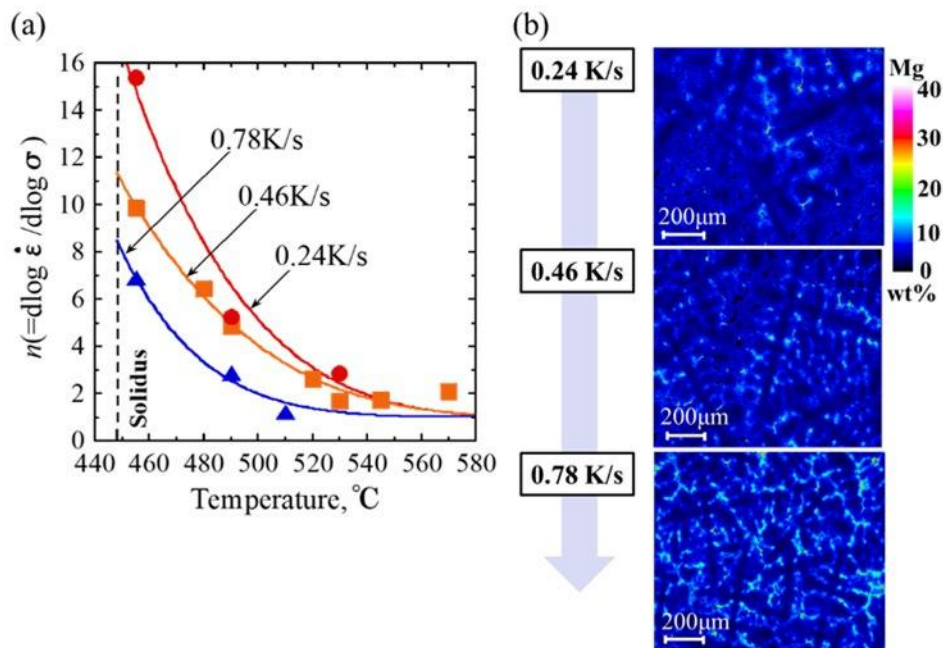


Fig. 2.3.4 (a) Temperature dependence of viscous property for Al-5mass%Mg alloy obtained under different cooling rate, and (b) distribution of magnesium concentration [44].

合金種に関しては、合金系によって粘性特性の温度及び固相率依存性が変化することは **Fig. 2.3.2** に示すように実験的に明らかになっているものの、合金系を超越した粘性特性の支配因子を実験的に明らかにした報告はない。一方で、Matsushita ら[44], Takatori ら[45]は半凝固状態のマイクロ組織モデルを用いたイメージベース有限要素法による引張応力解析によって異なる合金系の粘性特性値をそれぞれ概ね予測できると報告している。Takatori ら[45]が取得した半凝固状態の Al-5mass%Mg,合金と Al-2mass%Cu 合金を水冷して得られたマイクロ組織とそれを基に作製した解析モデルを **Fig. 2.3.5** に示す。作成されたモデルに固相と液相の特性値を割り当てることで、**Fig. 2.3.5(c),(f)**に示すように引張応力解析を実施することができる。なお、上記の解析モデルは 1 要素分厚みを持つ疑似 2D モデルであり平面ひずみ状態を模擬している。**Fig. 2.3.6** に Al-5mass%Mg,合金と Al-2mass%Cu 合金における n_{eff} 値の実験値と解析値の比較を示す。実組織のような 3D モデルではないが、実験事実との比較において、合金系によって異なる半凝固状態の n_{eff} 値の固相率依存性を概ね一致する結果が得られていた。以上のことから、合金種により粘性特性が異なる理由は組織的因子に起因することが示唆されるが、その支配因子は実験的に明らかではない。

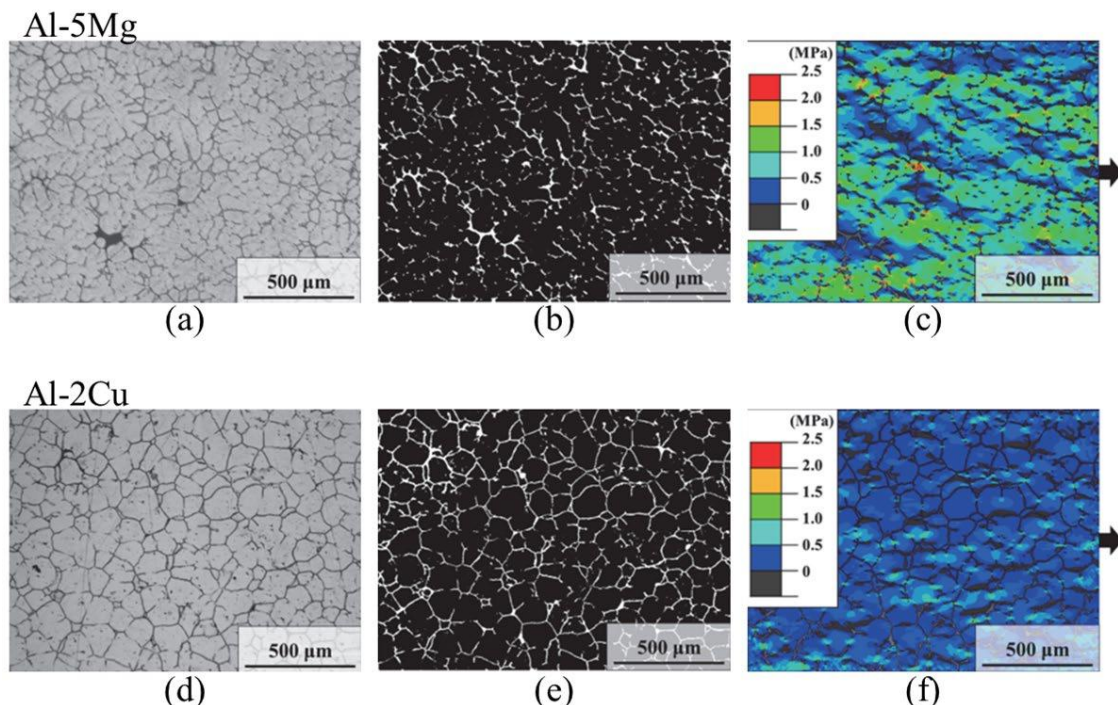


Fig. 2.3.5 Examples of numerical results: (a)&(d) microstructure, (b)&(e) binarized model (c)&(f) x-axis stress for Al-5Mg and Al-Cu alloys [45].

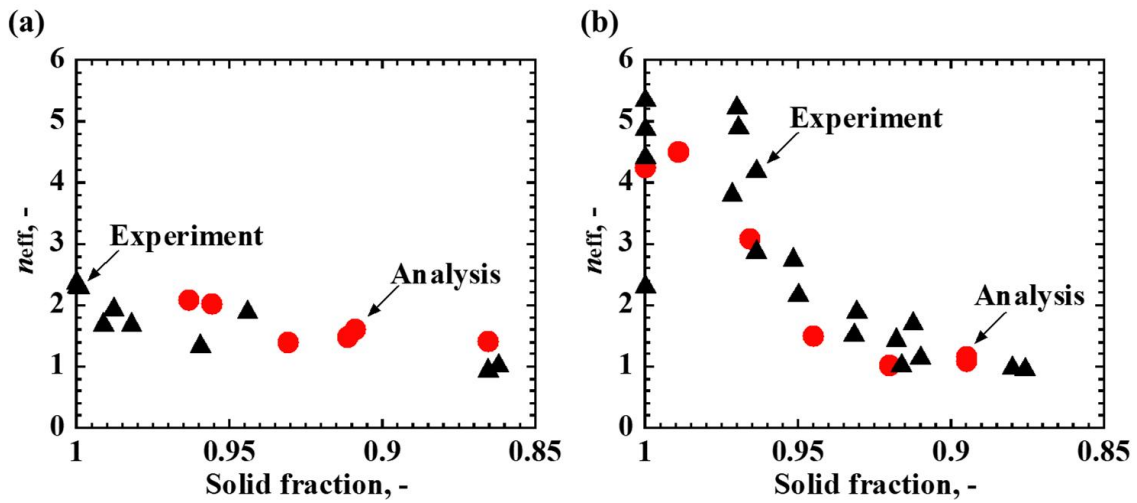


Fig. 2.3.6 Comparison of n_{eff} obtained from experiment and thermal stress analysis for (a) Al-5Mg and (b) Al-2Cu alloys [45].

[固液共存状態における合金の粘性挙動に関する従来研究の特徴と課題]

- ・固液共存状態の合金は粘性的挙動を示すため、凝固割れ予測のための熱応力解析には粘性構成モデルを考慮する必要がある。
- ・粘性特性の冷却速度依存性を実際の生産条件 (DC 鋳造や高圧ダイカスト) に近い冷却速度範囲内で調査した報告はない。そのため、実操業条件における粘性特性の冷却速度依存性は明らかではない。
- ・凍結凝固組織を用いたイメージベース有限要素解析を用いることで、Al-Mg 系および Al-Cu 系合金の半凝固状態における粘性特性の温度依存性を予測できることが示唆されていた。しかしながら、合金種によって半凝固状態の粘性特性が異なる支配因子は明らかではない。

2.3.2 固液共存状態における合金の構成モデル

FEM 熱応力解析により凝固割れを予測するためには, **Eq. (2.3.1)**に示すような固液共存状態における合金の力学挙動を模擬する構成モデルが必要となる. その構成モデルは従来までにいくつか考案されている. Martin ら[46], Ludwig ら[47,48]は半凝固状態の合金を空隙が液体に満たされた多孔質体と考え, 粘塑性多孔質材料の力学モデルに基づいた構成モデルを報告している. Drezet ら[34]は, 固液共存状態の合金に作用する外力は固相が負担すると仮定して, **Eq. (2.3.1)**の半凝固状態における流動応力 σ を固相率で除したモデルを報告している(**Eq. (2.3.3)**). Haafteen ら[49]は, Drezet らのモデル[34]を基に, **Eq. (2.3.1)**の流動応力 σ を粒界濡れ面積率 f_{LGB} で除したモデルを報告している(**Eq. (2.3.4)**).

$$\begin{aligned} \text{Drezet et al. [34]} \quad \dot{\epsilon}_{\text{visco}} &= A \cdot \exp\left(-\frac{Q}{R \cdot T_{\text{ab}}}\right) \cdot \left(\frac{\sigma}{f_S}\right)^{n_{\text{solid}} (=1/m_{\text{solid}})} \\ \sigma &= f_S \cdot \sigma_{\text{Solid}} \end{aligned} \quad (2.3.3)$$

$$\begin{aligned} \text{Haafteen et al. [49]} \quad \dot{\epsilon}_{\text{visco}} &= A \cdot \exp\left(-\frac{Q}{R \cdot T_{\text{ab}}}\right) \cdot \left(\frac{\sigma}{1 - f_{LGB}}\right)^{n_{\text{solid}} (=1/m_{\text{solid}})} \\ \sigma &= (1 - f_{LGB}) \cdot \sigma_{\text{Solid}} \end{aligned} \quad (2.3.4)$$

n_{solid} および m_{solid} はそれぞれ高温固体状態における n 値および m 値であり, 定数として与えられている. Haafteen らの提案モデルでは, 固相結合率 $1-f_{LGB}$ で流動応力 σ を除すことで, 固液共存状態の合金に生じる荷重が固相同士で支えられることを表現している. AA3104 合金と AA5182 合金の半溶融状態の応力とひずみ速度の関係の実験値(プロット)と **Eq. (2.3.4)**による予測値(破線)の比較結果を **Fig. 2.3.7** に示す. **Eq. (2.3.4)**の右辺第二項にアレニウス則があるため, 2 合金の応力とひずみ速度の直線関係の予測結果が実験値と同様に温度低下に伴い右にシフトすることが表現されている. しかしながら, m 値に高温固体状態のもの $m_{\text{solid}} (= 1/n_{\text{solid}})$ が定数として与えられており, 固液共存状態の特性としていない;

$$\frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} = \frac{\partial \ln \sigma_{\text{Solid}}}{\partial \ln \dot{\epsilon}} = \text{const.} \quad (2.3.5)$$

$\partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon}$ は半凝固状態における m 値, $\partial \ln \sigma_{\text{Solid}} / \partial \ln \dot{\epsilon}$ は高温固体状態における m_{Solid} 値である. 固液共存状態における m 値は温度の低下(固相率の増加)にともない減少することは実験的に明らかである($m = \partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon} = f(T)$). **Fig. 2.3.7** を見ても, 予測値は各温度における実験値の傾きを表現できていない. したがって, m 値を一定と定義している従来までの構成モデルは, 半凝固状態における応力のひずみ速度依存性を模擬できない. 鋳造時の合金の力学挙動を解析で再現するには, 実験的根拠のある半凝固状態における粘性構成モデルが必要となる.

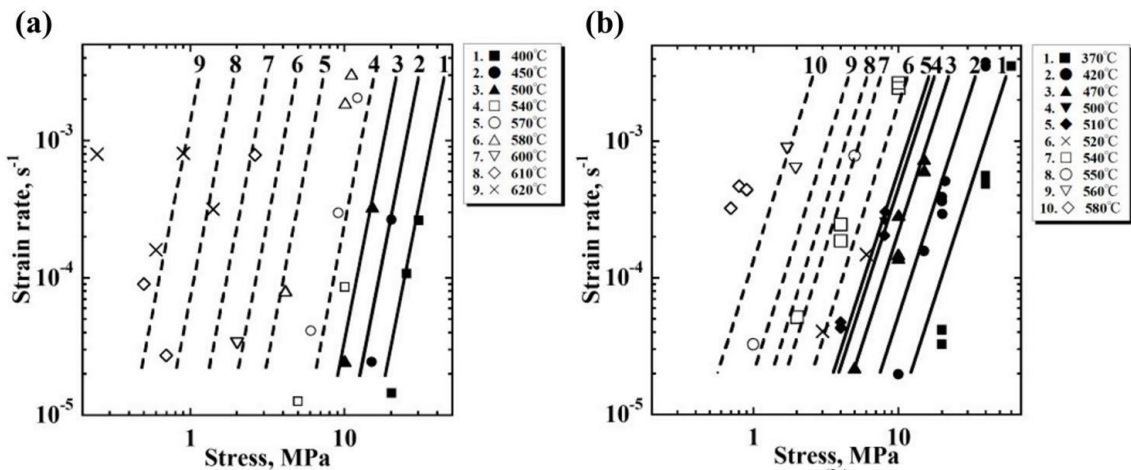


Fig. 2.3.7 Relationships between strain rate and stress for (a)AA3104 and (b)AA5182. Open and solid points denote semi-solid and solid state data, respectively. Lines show predictions of Eq. (2.24), solid state (—), semi-solid state (---) [49].

半凝固状態の金属の粘性特性を取得する方法は 2 手法に大別される。1 つ目は、スラリー状態(組成によるが固相率がおおよそ $0 < f_s < 0.7$ の領域)の金属を攪拌子で攪拌させることで粘性を測定する方法である[50-54]。この手法はセミソリッド加工法と呼ばれるスラリー状態の金属を射出、圧延等することで最終製品を成形する加工法に対して適用されている。この加工法においては、加工時における金属の流動性が製品品質に及ぼす影響が大きい。そのため、スラリー状態の粘度と冷却速度、攪拌速度、固相形状、合金組成の関係が従来までに調査されてきた[50,51]。2 つ目は、マッシー状態(組成によるが固相率がおおよそ $0.7 \leq f_s < 1$ の領域)における金属の応力-ひずみ曲線から粘性特性を取得する方法である。上記 2 手法のうちどちらを凝固割れ予測解析のための粘性特性取得法として採用する必要があるかについて、2.2.1 項で示したように凝固割れはマッシー状態の金属で生じる物理現象であり、かつその駆動力は合金に生じる熱応力や熱ひずみである。そのため、凝固割れ予測に使用する半凝固状態の粘性特性は後者の手法より取得する必要がある。

半凝固状態における金属の応力-ひずみ曲線から粘性特性を取得する方法は従来までに 2 種類の方法が報告されている。1 つ目は、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_{\text{visco}}$ を変量した半凝固状態における引張試験を行い、取得される各真応力-真ひずみ曲線の流動応力、すなわち最大真応力 ($\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3, \dots$) とその時の真ひずみ速度 ($\dot{\epsilon}_{\text{visco}1}, \dot{\epsilon}_{\text{visco}2}, \dot{\epsilon}_{\text{visco}3}, \dots$) により粘性特性を決定する方法である。下記に算出式を示す。

$$\ln \dot{\epsilon}_{\text{visco}} = n_{\text{eff}} \ln \sigma + \ln k \quad (2.3.6)$$

Eq. (2.3.6) の $\dot{\epsilon}_{\text{visco}}$ および σ にそれぞれ実験値を代入することで傾きを n_{eff} 、 $\ln \sigma = 0$ における切片

を $\ln k$ と決定することができる。この方法は Hirohara らなど従来報告[41,42]で用いられてきた方法である。以下、歪速度変量法と称す。2つ目は、Matsushita ら[55]が提案した方法である。これは真応力-真ひずみ曲線の流動応力に達する前の真応力と真ひずみ速度の関係から粘性特性を決定する方法である。固液共存状態の合金の全ひずみが弾性ひずみと塑性ひずみにより構成されるマクスウェルモデルに従い、かつ加工硬化に寄与する塑性ひずみは生じないと仮定すると、構成モデルは下記のように記述できる。

$$\varepsilon_{\text{total}} = \varepsilon_{\text{elastic}} + \varepsilon_{\text{visco}} \rightarrow \dot{\varepsilon}_{\text{total}} = \dot{\varepsilon}_{\text{elastic}} + \dot{\varepsilon}_{\text{visco}} \quad (2.3.7)$$

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\text{elastic}} = \sigma/E &\rightarrow \dot{\varepsilon}_{\text{elastic}} = \dot{\sigma}/E && \text{Hooke's law} \\ \dot{\varepsilon}_{\text{visco}} = k\sigma^{n_{\text{eff}}} &&& \text{Norton law} \end{aligned} \quad (2.3.8)$$

ここで $\varepsilon_{\text{total}}$ は全ひずみ、 $\varepsilon_{\text{elastic}}$ は弾性ひずみ、 E はヤング率である。Eqs. (2.3.7), (2.3.8)より、

$$\log \dot{\varepsilon}_{\text{visco}} = \log \left(\dot{\varepsilon}_{\text{total}} - \frac{\dot{\sigma}}{E} \right) = n_{\text{eff}} \log \sigma + \log k \quad (2.3.9)$$

が導出される。この Eq. (2.3.9) が Matsushita らが提案した手法の関係式である。半凝固状態における合金の力学挙動が Norton 則と Hooke の法則によって構成される Eq. (2.3.7) のマクスウェルの全ひずみの関係を満たすとき、流動応力前の真応力と粘性ひずみ速度の両対数関係が直線になる。Eq. (2.3.9) に示すように傾きが n_{eff} 値、切片すなわち $\log \sigma = 0$ ($\sigma = 1 \text{ MPa}$) 時のひずみ速度が k 値として決定される。以下、Matsushita らの手法と称す。従来までに 2 手法提案されているが、取得方法による粘性特性の違いは同一試験条件下で検証されていない。また Magnin らの報告[21]によると、固液共存状態において流動応力に達した試験片の内部には微視損傷が発生することが示唆されている。したがって、これら 2 種の方法で得られる粘性特性は、微視損傷の発生により、それぞれ異なる値を示す可能性がある。微視損傷が粘性特性に及ぼす影響を実験的に調査した報告はない。

[固液共存状態の力学挙動を模擬する構成モデルに関する従来研究の特徴と課題]

- ・従来までに固液共存状態の合金の力学挙動を模擬する構成モデルは応力のひずみ速度感受性が温度に対して一定と定義しており ($m = \text{const.}$)、実現象 ($m = f(T)$) を模擬できていない。
- ・凝固割れ予測解析のための粘性特性取得法には半凝固状態の応力-ひずみ曲線から決定する手法を採用する必要がある。
- ・実験的に粘性特性を取得する方法は従来までに 2 手法提案されていた。しかしながら、同一試験条件において各手法で得られる粘性特性は比較されていない。また、流動応力に達する近傍で微視損傷が発生した場合に、それが粘性特性に及ぼす影響は明らかではない。

2.3.3 種々のアルミニウム合金の固液共存状態における流動応力の温度/固相率依存性

固液共存状態の合金に生じる流動応力(最大応力)の温度および固相率依存性は、合金系によって異なることが報告されている[56-58]。Chu ら[56]が取得した AA3004 合金, AA2024 合金, AA7075 合金の半溶融状態における最大応力の固相率依存性の比較結果を **Fig. 2.3.8(a)**に, Phillion ら[57]が取得した AA3104 合金, AA6111 合金, CA31218 合金(Phillion らが開発した Al-Mn 系合金)の半溶融状態における最大応力の固相率依存性の比較結果を **Fig. 2.3.8(b)**に示す。どちらの結果からも固相率の増加に伴う最大応力の増加挙動が合金系によって異なることが示されている。この要因について、合金によって粒界に存在する液相の連続性が異なり、不連続な状態(固相同士が接触する状態)には固相率の増加に伴う最大応力の増加が生じることを指摘している[56,57]。

Takai ら[58]によって、2 元系 Al 合金の半凝固状態における最大応力の支配因子は固相結合率であることが実験的に示された。固相結合率とは、粒界における初晶 α -Al 相同士の結合率のことである。定義等の詳細は 2.3.4 項で示す。Takai ら[58]が取得した Al-5%Mg 合金と Al-2%Cu 合金の半凝固状態の規格化最大真応力の固相率依存性を **Fig. 2.3.9(a)**に示す。最大応力を規格化している理由は、合金種によって凝固温度範囲が異なり、それによる同一固相率および固相結合率における固相単体の強度の違いを排除するためである。規格化最大応力の定義を下記に示す。

$$\text{Normalized } \sigma_{\max} \equiv \frac{\sigma_{ss}}{\sigma_{\text{solid}}} \quad (2.3.10)$$

σ_{ss} は実験的に得られた半凝固状態における最大真応力、 σ_{solid} は各温度における固相単体の強度である。**Fig. 2.3.9(a)**を見ると、Chu ら[56]、Phillion ら[57]と同様に、2 合金の最大真応力の固相率依存性は合金系によって異なることがわかる。これに対して、Campbell[59]が提唱した幾何学的モデルによって算出した固相結合率で 2 合金の最大真応力を整理すると(**Fig. 2.3.9(b)**)、両合金の最大応力の固相結合率依存性が互いに一致することが示されている。また最大真応力時の伸び値についても固相結合率によって互いに一致することも実験的に示されている。

[種々のアルミニウム合金における固液共存状態の流動応力に関する知見]

・合金系を超越した半凝固状態における流動応力の支配因子として固相結合率が実験的に示唆されている。

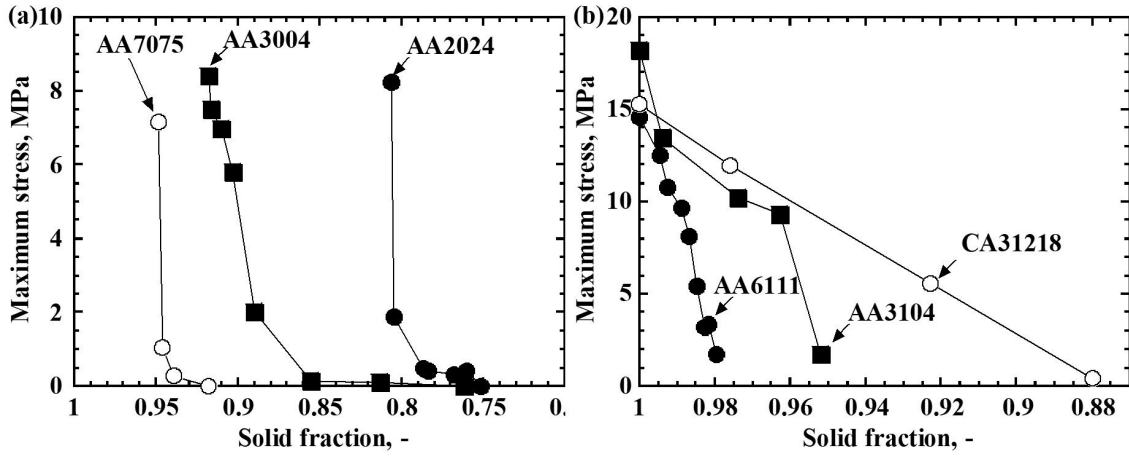


Fig. 2.3.8 Solid fraction dependences of maximum stress for commercial Al alloys obtained by (a)Chu [43] and (b)Phillion [57].

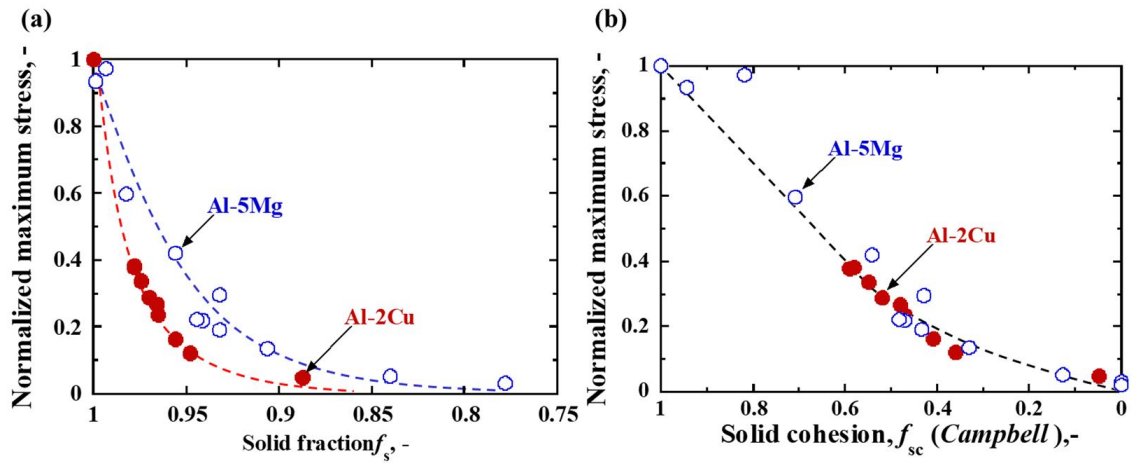


Fig. 2.3.9 Relationship between maximum stress and (a)solid fraction, (b) solid cohesion by Campbell's model [58].

2.3.4 固/液界面における二面角と固相结合率

合金系の違い(主要溶質元素の違い)は凝固組織における液相形状に影響を及ぼすことがこれまでに明らかとなっている. この液相形状を定量化する指標として, 固/液界面の二面角 θ が提唱されている[60]. 固液界面の二面角の模式図を **Fig. 2.3.10** に示す. 二面角 θ は固/液の界面エネルギー γ_{sl} と固/固の界面エネルギー γ_{ss} のつり合いによって決定される;

$$\cos(\theta/2) = \frac{\gamma_{ss}}{2\gamma_{sl}} \quad (2.3.11)$$

すなわち, 固/固の界面エネルギー γ_{ss} が小さい, または固/液の界面エネルギー γ_{sl} が大きいほど二面角は増加することになる. Williams ら[61]によって, 固/液界面の二面角は溶質濃度に依存しないことが Al-Sn 合金を供試材料とした実験で示されている. Nakata ら[62]により, 種々の商用アルミニウム合金において固/液界面の二面角が測定された. **Fig. 2.3.11** に Nakata らが測定した各合金に対する二面角の累積分布曲線を示す. 累積率 50 %を代表値として各合金の二面角を比較すると, 主要溶質元素が Cu の合金の方が Mg の合金よりも二面角が小さいことがわかる. この二面角が小さいほど, 合金の凝固割れ感受性は相対的に高くなる(割れやすい)ことも実験的に示されている. **Fig. 2.3.12** は Nakata らが測定した合金の二面角と凝固割れ感受性の関係である. 二面角と凝固割れ感受性に相関関係がある理由に関して, Borland [60]は, 二面角の大小によって凝固過程の同一温度または固相率における固相同士の結合面積が相対的に変わるためと推察している.

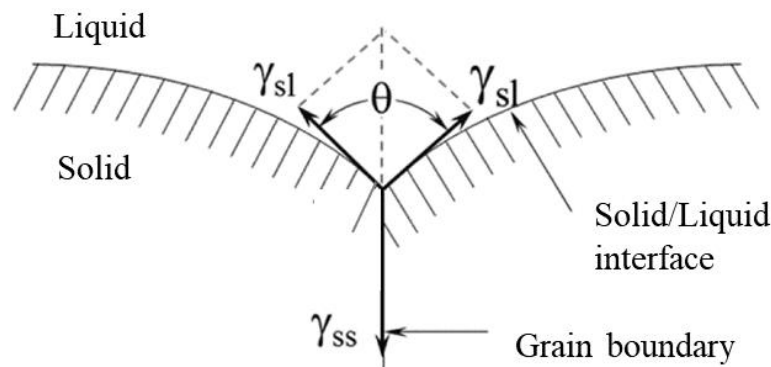


Fig. 2.3.10 Schematic diagram of the dihedral angle at the solid/liquid interface[61].

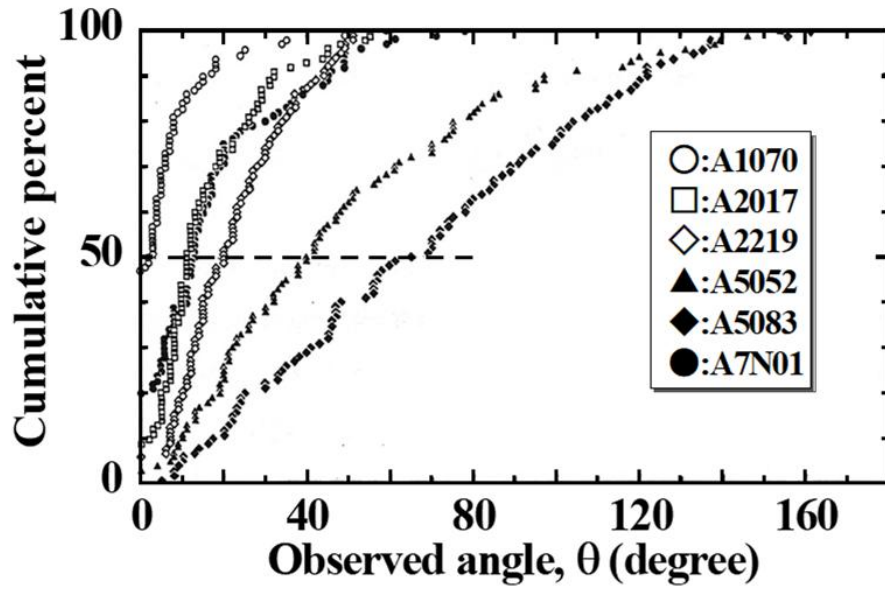


Fig. 2.3.11 Cumulative curve of observed dihedral angle for commercial Al alloys [62].

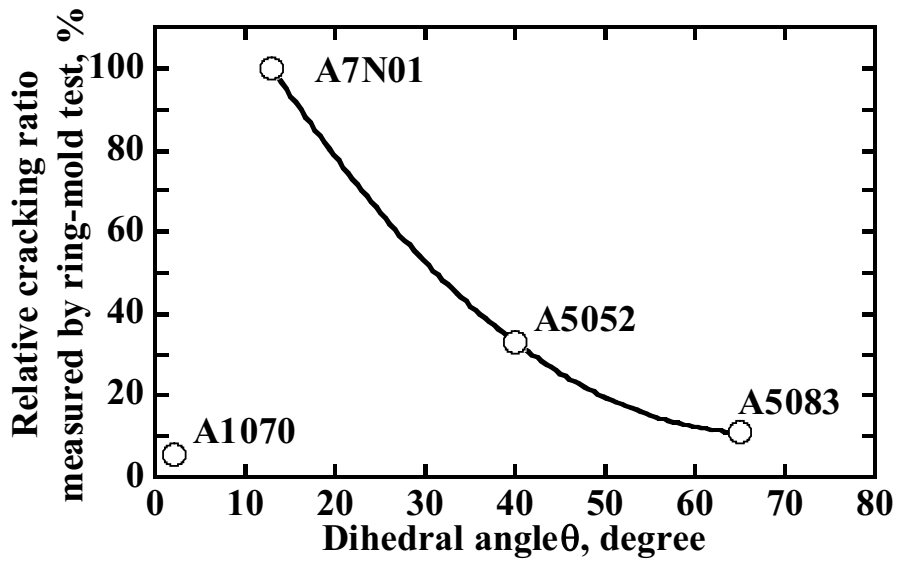


Fig. 2.3.12 Effect of dihedral angle on hot tearing susceptibility for Al alloys [62].

Borland[60]によって指摘されるように、固液共存状態の合金の荷重負担部は固相同士の結合部である。そのため、固液共存状態の力学挙動を説明する上で重要なパラメータとして固相同士の結合率(固相結合率)が着目されてきた。固相結合率は、結晶粒界の全面積 $A_{\text{total GB}}$ に対する固相同士が接触する粒界の面積 $A_{\text{contact GB}}$ の割合と定義されている；

$$1 - f_{\text{LGB}} \equiv f_{\text{sc}} \equiv \frac{A_{\text{contact GB}}}{A_{\text{total GB}}} \quad (2.3.12)$$

$$f_{\text{LGB}} \text{ or } f_{\text{sc}} = f(f_s, \theta) \quad (2.3.13)$$

f_{LGB} および f_{sc} はそれぞれ粒界濡れ面積率, 固相結合率である。初晶 α 相と液相の二相のみ存在する固液共存状態における固相結合率の温度または固相率依存性は, **Eq. (2.3.12)** に示すように二面角 θ と固相率 f_s を用いて幾何学的に求めることができる[60,63]。Campbell は, **Fig. 2.3.13** に示すような正六角形で表される固相と二面角によって形状が決まる液相からなる組織を想定し, 下記の固相結合率を幾何学的に決定するモデルを提案している。

$$f_{\text{sc}} = 1 - f_{\text{LGB}} = 1 - 2.64 \left(\frac{1 - f_s}{k} \right)^{0.5} \quad (2.3.14)$$

$$k = \sqrt{3} + \frac{3}{\tan\left(30 - \frac{\theta}{2}\right)} - \left(\frac{30 - \frac{\theta}{2}}{60} \right) \frac{\pi}{\sin^2\left(30 - \frac{\theta}{2}\right)} \quad (2.3.15)$$

上記のモデルによって算出された Al-5%Mg 合金と Al-2%Cu 合金の固相結合率の固相率依存性を **Fig. 2.3.14** に示す[58]。二面角 θ が小さい Al-2%Cu 合金の方が同一固相率における固相結合率 f_{sc} が小さく, 液相が固/固界面に濡れ広がることが示されている。この合金間で異なる固相結合率の固相率依存性が半凝固状態における最大真応力(流動応力)および伸び値の支配因子であることが示唆されている[58]。しかしながら半凝固状態における粘性特性と固相結合率の関係は実験的に調査されていない。

[固液界面における二面角と固相結合率に関する研究の特徴と課題]

2.3.4 項より, 固液共存状態の合金の力学挙動の支配因子として着目される二面角, 固相結合率に関して下記の知見が得られた。

- 合金系によって二面角は異なる, また合金の凝固割れ感受性と相関関係がある。
- 固相結合率は固相率の温度依存性と二面角により決定することができる。
- 半凝固状態の粘性特性と固相結合率の関係は実験的に調査されていない。

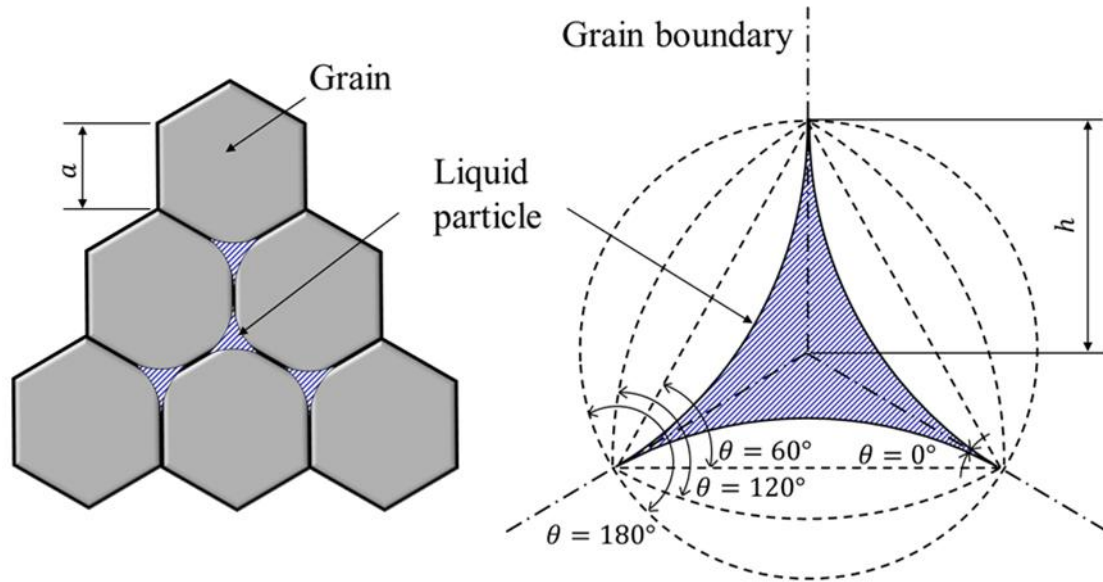


Fig. 2.3.13 Schematic diagrams of semi-solidified microstructure postulated by Campbell [60].

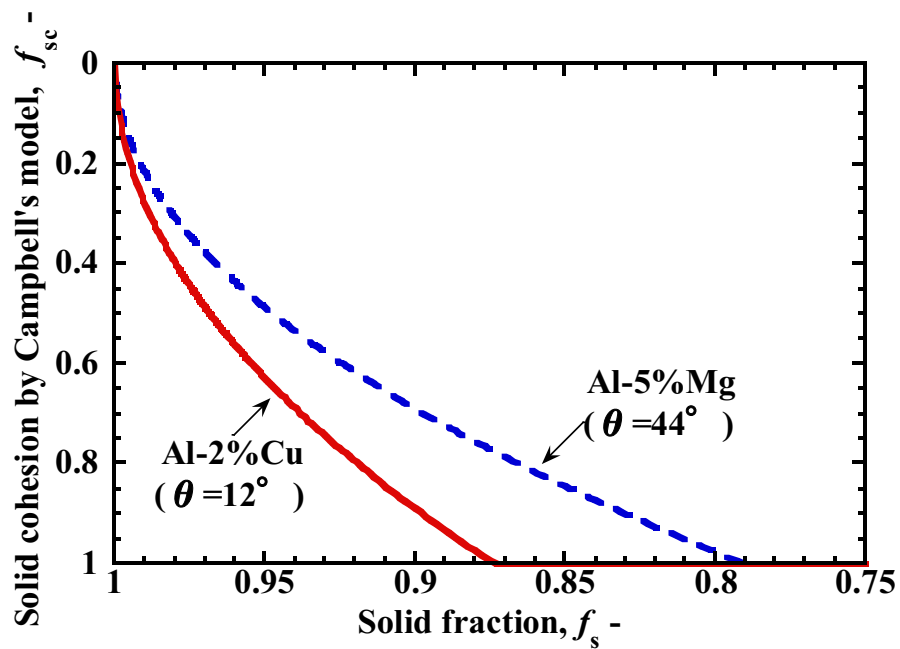


Fig. 2.3.14 Solid fraction dependences of solid cohesion calculated by Campbell's model [58].

2.3.5 凝固過程に晶出する金属間化合物相が凝固割れ及び力学特性に及ぼす影響

これまでレビューした凝固割れのクライテリアや構成モデルなどのほとんどは、固液共存状態の組織が固相と液相の 2 相で構成されるものと仮定している。一方で商用合金のほとんどは、要求される機械的性質を満足させるために、様々な合金元素が添加されている。例えば自動車に搭載される熱交換器においては、小型化、高強度化のために従来の Al-Mn 系合金から Cu や Fe が添加された組成へと遷移している。合金元素を添加すると、初晶 α 相の晶出後に金属間化合物相(以下、IMC 相と称す)が粒界に晶出する。凝固過程に晶出する IMC 相が凝固割れ感受性および半凝固状態の力学特性に及ぼす影響の解明が望まれている。

特に Fe はリサイクル材から再生地金を精錬する際に侵入不可避な合金元素である。 α -Al 固溶体に対する Fe の固溶限が小さい(室温で概ね 0.01 wt.%)ため、種々の Al 合金において凝固過程に粒界で Fe-rich IMC 相が晶出する。特に 2000 系, 5000 系, 6000 系合金において Fe 混入による凝固割れリスクの増加が問題となっている。そのため Fe-rich IMC 相が及ぼす影響についてこれまで種々の Al 合金に対して調査されてきた[64-71]。

先行研究を整理すると、従来までに示唆または明らかにされてきた Fe-rich IMC 相が凝固割れに影響を及ぼすメカニズムは下記の 2 点に区分される。

1. 液相透過性の低下による凝固割れ起点の形成促進

粒界に晶出した Fe-rich IMC 相が液相の透過性を低下させることで凝固割れの起点となる気孔の形成を促すことが知られている。Puncrebutr ら[73]によって β -Al₅FeSi 相量の増加に伴う気孔の形成過程が実験的に確認されている(**Fig. 2.3.15**)。Fe-rich IMC 相にはプレート状の IMC 相(β -Al₅FeSi 相など)とスクリプト状の IMC 相(α -Al(Fe,Mn)Si など)が存在する。このうち、プレート状の IMC 相の方が液相の透過性を低下させやすいことが示唆されている[65,66,71,72]。

2. 固相同士の結合促進による凝固割れの抑制

粒界に晶出した Fe-rich IMC 相が固相同士の結合を促進することで凝固割れ感受性が低減することが示唆されている[64,67,72]。この要因について、これらの報告[64,67]では固相同士の結合促進が半凝固状態の合金を強くする(引張強度 σ_{\max} を増加させる)ためと推察しているが、凝固割れ感受性と引張強度の相関関係は実験的に調査されていない。一方、Bolouri ら[74]、Liu ら[75]は、Fe-rich IMC 相による固相同士の結合促進が固液共存状態における引張強度 σ_{\max} を増加させることを実験的に示している。**Fig. 2.3.16(a)**に Si, Mn 量の異なる A206 合金の半凝固状態における最大応力の液相率依存性、**Fig.**

2.3.16(b)に A206-0.33Si-0.33Mn 合金の凝固組織, Fig. 2.3.16(c)に A206-0.33Si-0.33Mn 合金の破面観察結果を示す. α -Fe 系 IMC 相が固相(初晶 α 相)同士を結合するために A206-0.33Si-0.33Mn 合金の方が最大応力が高くなると指摘している. また α -Fe 系 IMC 相の方が β -Fe 系 IMC 相よりも固相結合を促進しやすいことも示唆している.

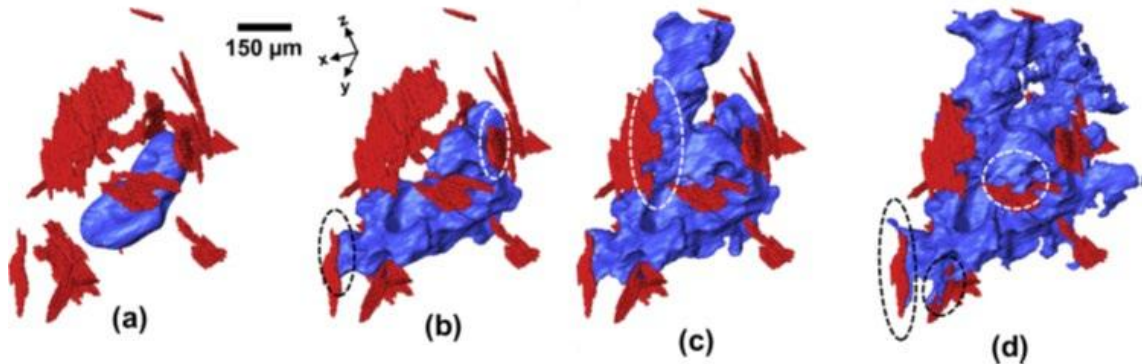


Fig. 2.3.15 3-D rendering of pore evolution (blue) in the presence of intermetallic compounds (red) at: (a) 565°C, (b) 561°C, (c) 555°C and (d) 550°C for A319 alloys (Al-7.5Si-3.5Cu) [73].

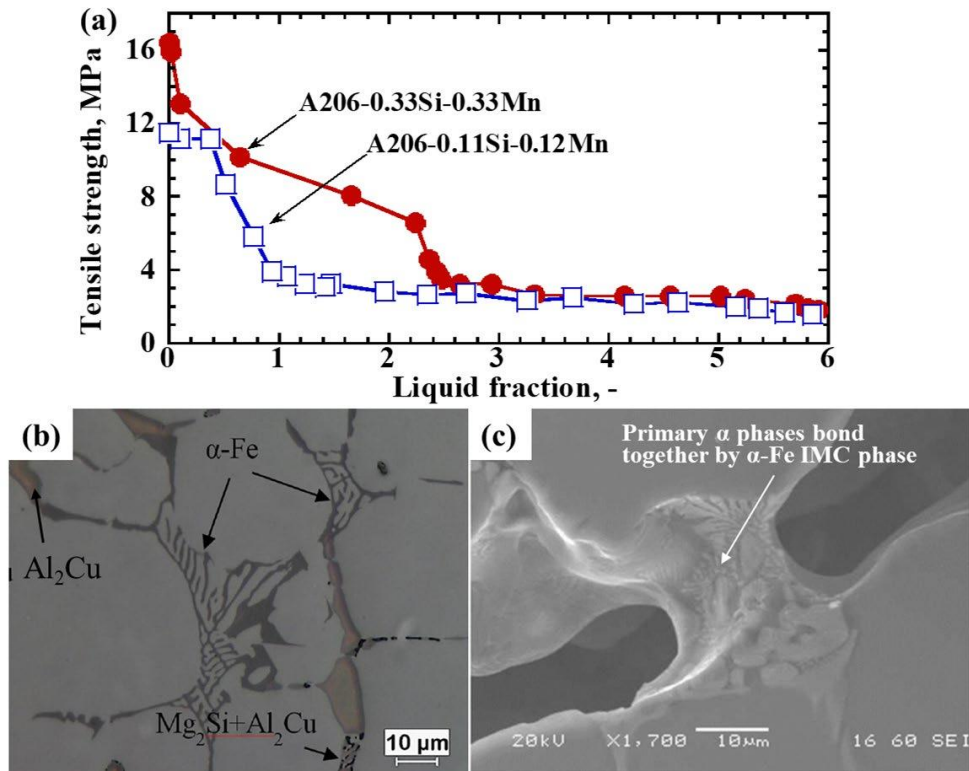


Fig. 2.2.26 (a)Liquid fraction dependence of tensile strength, (b)as-cast microstructures of A206-0.33Si-0.33Mn, and (c)fracture surface of A206-0.33Si-0.33Mn [74].

Sweet ら[72]は、上記 2 つのメカニズムが Fe 量増加に伴う Fe-rich IMC 相の種類や晶出量によって変化することを実験的に示唆している。Sweet らが取得した AA6060 合金 (Al-0.52Si-0.35Mg-0.05Ti) に対する Fe 変量 (0.05~0.5 %) が凝固割れ感受性および凝固過程の熱荷重に及ぼす影響を **Figs. 2.3.17(a),(b)** にそれぞれ示す。 **Fig. 2.3.17(a)** より、 $0 \leq \text{Fe} \leq 0.15$ の領域 I と II では凝固割れ感受性が増加傾向にあり、 $0.15 < \text{Fe}$ の領域 III と IV では減少傾向にあることがわかる。 **Fig. 2.3.17(b)** より、 0.20 %Fe 以降から同一固相率における荷重値が顕著に増加することが示されている。上記の結果について、Fe-rich IMC 相の種類と晶出量、熱荷重の変化を基に、①領域 I と II における凝固割れ感受性の増加はプレート状の $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ 相が粒界に晶出することで液相の透過性を低下させるため、②領域 III における凝固割れ感受性の低減は $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ 相量の増加に伴う固相同士の結合促進 (引張荷重をより負担できるようになる) が $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ 相による液相透過性低下の効果を打ち消すため、③領域 IV において凝固割れがほとんど抑制される理由は Fe 量の増加によってプレート状の $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ 相がスクリプト状の $\alpha\text{-Al(Fe,Mn)Si}$ 相に変化して固相同士の結合をより強固にするため、と考察している。

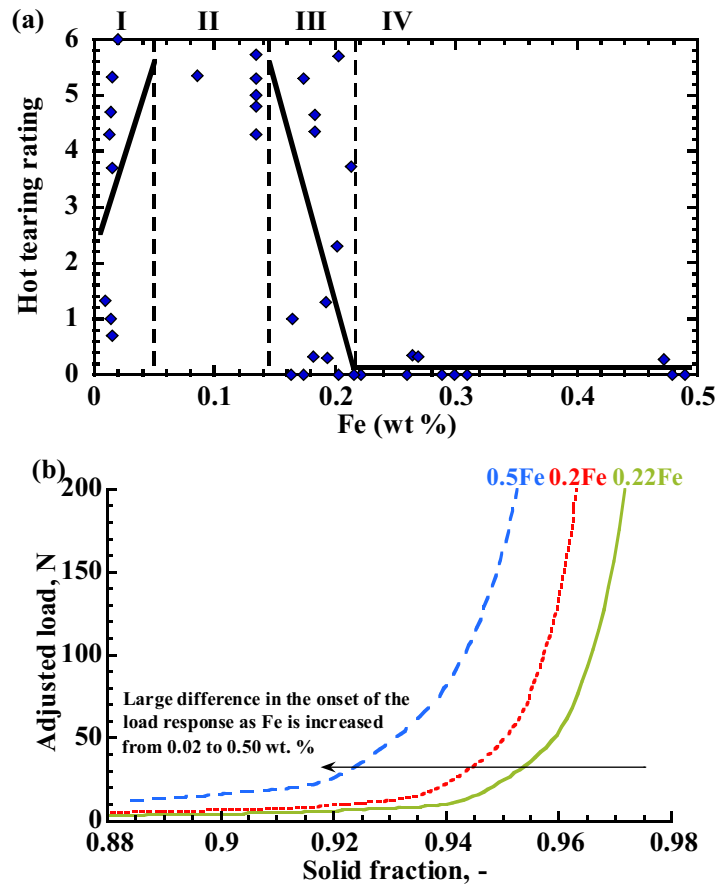


Fig. 2.3.17 (a) Hot tearing rating of AA6060 type alloy at different Fe contents, and (b) Average load versus solid fraction for hot tear tests [72].

これらの従来報告より, Fe-rich IMC 相量を増加させることで凝固割れを抑制できる可能性が示唆される. また Fe-rich IMC 相は, 固相同士の結合を補助することで, 半凝固状態の力学特性や凝固割れ感受性を変化させることが推察されている. このことから, Fe-rich IMC 相により促進される固相結合率を定量化できれば Fe 量の異なる合金の固液共存状態における力学特性を統一的に表現できる可能性が考えられる. すなわち Fe-rich IMC 相を晶出する合金の固液共存状態における力学特性の支配因子は Fe-rich IMC 相を考慮した固相結合率である可能性が考えられる. しかしながら, 従来研究において Fe-rich IMC 相を考慮した固相結合率は提案されておらず, また固液共存状態の力学挙動との関係について調査されていない.

[IMC 相が半凝固状態の力学挙動と凝固割れ感受性に及ぼす影響に関する従来研究の特徴と課題]

- ・凝固中に晶出する Fe-rich IMC 相は初晶 α 相同士を補助的に連結することによって①液相透過性の低下と②固相結合の促進を生じさせる可能性が示されていた.
- ・Fe-rich IMC 相が固液共存状態における力学特性や凝固割れ感受性を変化させるメカニズムは, Fe-rich IMC 相により固相結合を補助するためだと示唆されている. しかしながら, 従来研究において Fe-rich IMC 相を考慮した固相結合率は提案されておらず, また固液共存状態の力学挙動との関係について調査されていない.

2.4 車体構造部品用非熱処理型 Al-Mg 系合金開発に関する従来研究

第 1 章で述べたように、近年は、熱処理不要で高延性を有し、かつ低い凝固割れ感受性を持つ Al-Mg 系ダイカスト合金を開発するニーズが高まっている。本節では、Al-Mg 系ダイカスト合金に含有する合金元素やその含有量が機械的性質および凝固割れ感受性に及ぼす影響をそれぞれ 2.4.1 項と 2.4.2 項でレビューする。2.4.3 項にて従前に開発された合金組成の特徴と課題について抽出する。

2.4.1 合金元素が機械的性質に及ぼす影響

【Mg が機械的性質に及ぼす影響】

Mg は固溶強化元素であるが、Si 含有量が 0.1 %未満の Al-Mg 系合金に対して Mg 量を増加させると Al_3Mg_2 相や Al_8Mg_5 相を凝固の末期に晶出させる。これら金属間化合物相は機械的性質における引張強度および耐力を増加させる一方で、破断伸びを低下させることが報告されている[76-80]。これまでの Al-Mg 系合金開発に関する報告[81-106]を見ると、Mg 量が約 3.0 %未満の場合は車体部品に必要な耐力と破断伸びが得られず、約 6.0%を超えると伸びおよび耐力腐食性が低下することがあると示唆されている。そのため、車体構造部品用 Al-Mg 系ダイカスト合金の Mg 量は 3.5~5.5 %の範囲内で指定される場合が多い。

渡邊ら[76]、山浦ら[79]が取得した Mg 量と 0.2%耐力および破断伸びの関係、Mg 量と晶出した金属間化合物相の面積率の関係をそれぞれ **Figs. 2.4.1(b), (c)**に示す。**Fig. 2.4.1(a)**に示す引張試験片形状鋳物を高圧ダイカストすることで調査されている(芝浦機械:DC350C)。合金組成は Si:0.1 %未満, Mn:0.5 %, Ti:0.15 %, Fe:0.15 %以下を基準組成として、Mg を 3.0~8.0 %の範囲で変量している。**Fig. 2.4.1(b)**より、Mg 量の増加に伴い 0.2%耐力は増加、破断伸びは低下することがわかる。この原因は Mg 量増加に伴う Al_3Mg_2 相の晶出量の増加であることが **Fig. 2.4.1(c)**に示されている。

Mg は大気中の酸素と反応して酸化物(MgO)を形成しやすく、保持炉内で減耗しやすい。そのため、犠牲酸化剤として Be(ベリリウム)が添加される[82,85,88,94,104]。Be 添加量が約 0.001 %未満の場合は Mg 減耗防止効果が十分でなく、約 0.1 %以上では Be 系化合物相の晶出によって強度が低下するとされている。したがって、0.001~0.1 %の範囲内で Be を添加することが推奨されている。

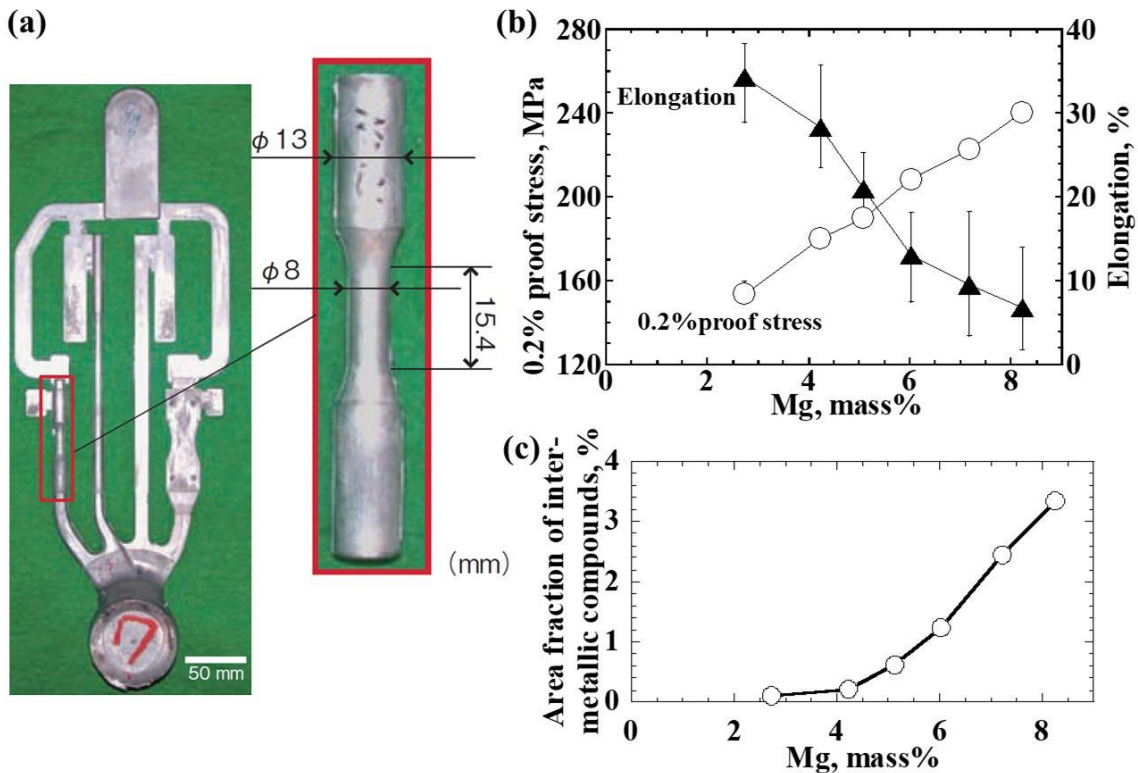


Fig. 2.4.1 (a) Photograph of tensile test specimen, (b) Effect of Mg content on both 0.2% proof stress and elongation, (c) Relationship between Mg content and intermetallic compounds [76,79].

【Si が機械的性質に及ぼす影響】

Si は Al-Mg 系合金の凝固割れ感受性を低減させることができる(詳細は 2.3.2 項に記述する)。Al-Mg 系合金に Si を添加すると、結晶粒界で擬二元共晶相 (α -Al 相 + Mg_2Si 相) が晶出する。この共晶相の晶出量が増加すると、引張強度と耐力は増加する一方で破断伸びは著しく低下することが多くの研究で報告されている[76,77,85,86,88,89,93,95-97,103-108]。一部の報告[80]においては、 Mg_2Si 相の晶出量の増加によって破断伸びが向上することも示唆されている。擬二元共晶相のラメラ間隔が小さいほど、共晶相晶出量の増加に伴う破断伸びの低下率は小さい[77,107,109,110]。10%以上の Mg を含む Al-Mg 系合金に Si を添加すると鋭角な多面体形状である初晶 Mg_2Si 相が晶出するため、引張変形時の亀裂形成と進展を促進することが示唆されている[85,111,112]。

Jiら[77]は Mg, Si 量が破断伸びに及ぼす影響を調査している。Fig. 2.4.2(a)に示す試験片形状鋳物を高圧ダイカストしている(型締力 280 t ダイカストマシン)。合金組成は, 0.6 %Mn, 0.2 %Ti, 0.25 %Fe を基準として, Mg を 4.5~8.0 %, Si を 1.0~2.5 % の範囲で変量している。Ji らが取得した Mg, Si 量と破断伸びの関係を Fig. 2.4.2(b)に示す。Mg または Si 量の増加に伴い破断伸びが低下することがわかる。15 %以上の破断伸びが得られる合金組成として, 5.0~5.5 %Mg, 1.5~2.0 %Si が最適であると報告している。

不純物として P が混入すると, Mg_2Si 相を粗大化させるために, 破断伸びが低下することが知られている。10 ppm 程度の P 添加による Magsimal[®]-59 合金の破断伸びの低下が知られている。森脇ら[100]によれば, P の含有量が多い場合には Al と P の化合物である AlP が形成され, それを核として粗大な Mg_2Si 相と α -Al 相の擬二元共晶相が晶出することが報告されている。 Mg_2Si 相の晶出量や形状が機械的性質に及ぼす影響が大きい Al-Mg-Si 系合金を使用する際には, 新塊または再生材に含まれる P の管理が必要になる。

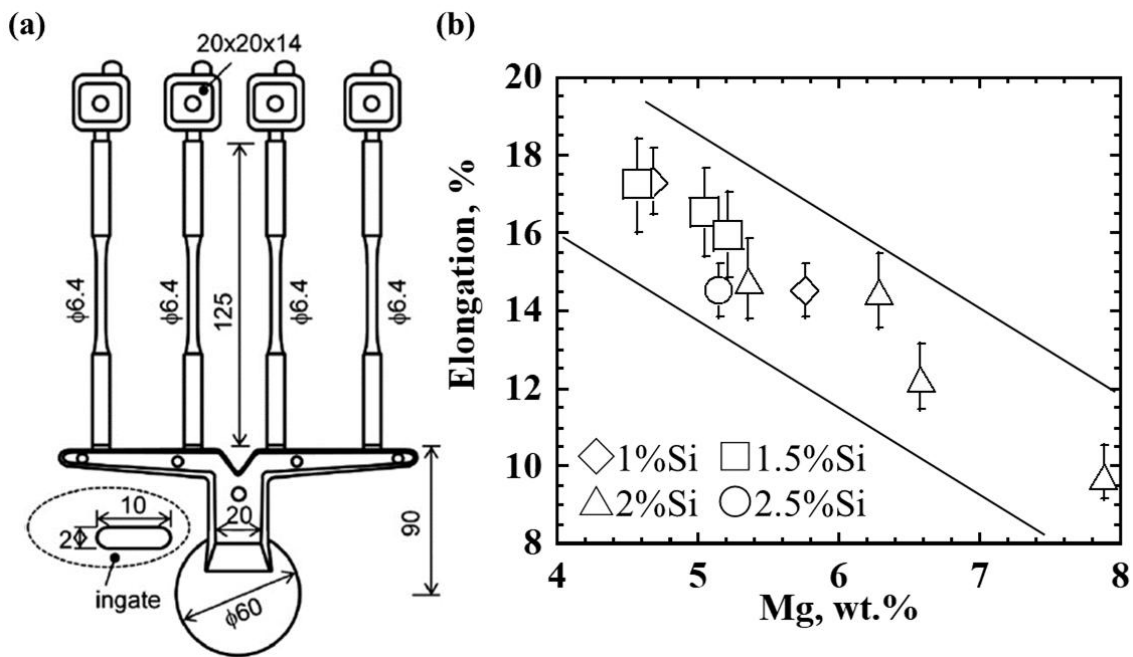


Fig. 2.4.2 (a) Tensile test specimen, (b) Effect of both Mg and Si contents on elongation [77].

【Mn が機械的性質に及ぼす影響】

Mn は Mg と同様に固溶強化元素である。また、焼付き(金型と鋳造合金の溶着反応)を防止する作用もある。Fe 量が 0.1 %未満の場合には、初晶 α -Al 相の晶出前後に Al_6Mn 相を形成させる。 Al_6Mn 相の晶出量の増加は、引張強度および 0.2%耐力を増加させる一方で破断伸びを低下させることが報告されている[77,107,108,114-117]。Ashuri ら[115]と Razazi ら[117]の報告によると、Mn の過剰添加は粗大な初晶 Al_6Mn 相を形成させるために破断伸びを低下させることが実験的に示めされている。Al-Mg 系合金開発の報告[81-87,89,91-94,96-102,104]を見ると、Mn 量が約 0.5 %未満の場合には車体部品に必要な強度と耐力が得られない、かつ Fe 量が少なければ金型への焼付き防止効果も得られない場合があると記されている。Mn 量が約 1.5 %を超えると粗大な Al_6Mn 相が晶出するために延性及び靱性が低下する場合があると記されている。そのため、Mn 量は 0.5~1.5 %の範囲内で指定される場合が多い。

Nishi らは[116]が取得した Al-4.5%Mg 系合金に対する Mn 量(0 ~ 3.16 %)と機械的性質(引張強度, 0.2%耐力, 破断伸び)の関係を Fig. 2.4.3 に示す。引張試験片(ASTM B B5-84)を型締め力 90 t のコールドチャンバーダイカストマシンで鋳造している。破断伸びの変化に着目すると、Mn 量が約 1.5 %を超えたときに破断伸びが急激に低下することがわかる。Fig. 2.4.3 からも、破断伸びの低下を抑制するために Mn 量を 1.5 %未満とする必要があることがわかる。

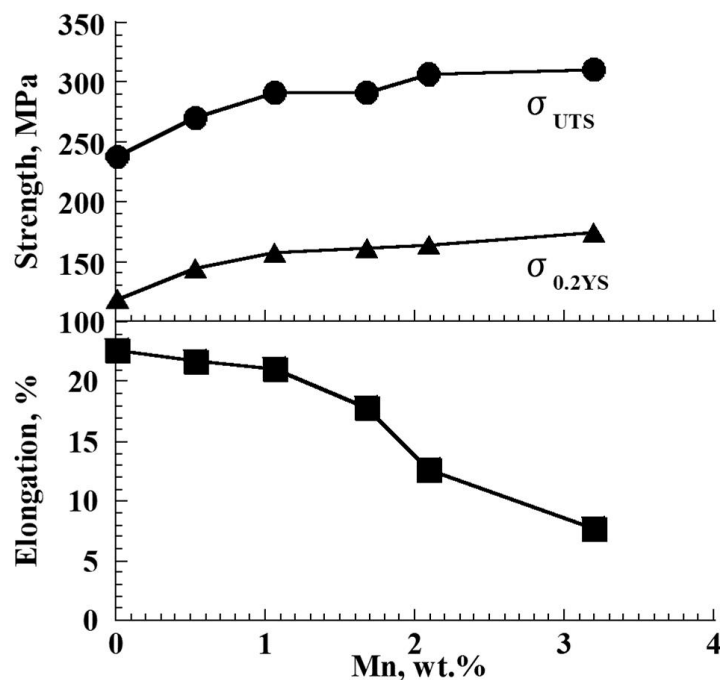


Fig. 2.4.3 Effect of Mn content on mechanical properties [116].

【Fe が機械的性質に及ぼす影響】

Fe は Mn と同様に焼付きを防止する効果のある合金元素である。また再生材における混入不可避元素としても知られている。鑄造過程においては、 α -Al 固溶体に対する Fe の固溶限は小さく、種々の Fe 系金属間化合物相が晶出する。主要な金属間化合物相は Al_3Fe 相、 $\text{Al}_3(\text{Fe},\text{Mn})$ 相、 $\text{Al}_6(\text{Fe},\text{Mn})$ 相、 $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ 相、 $\alpha\text{-Al}(\text{Fe},\text{Mn})\text{Si}$ 相であり、Fe, Mn, Si の各量によって晶出する Fe 系金属間化合物相の種類は変化する[118-123]。プレート状または針状の Fe 系金属間化合物相(例えば $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ 相)は、応力集中部として作用するために、機械的性質を悪化させる。一方で漢字状の Fe 系金属間化合物相(例えば $\alpha\text{-Al}(\text{Fe},\text{Mn})\text{Si}$)は針状の金属間化合物相に比べて機械的性質に及ぼす影響が小さいことが知られている。Al-Mg 系合金開発の報告[82,86,88,92,93,96-99,102-115,124]を見ると、針状の Al-Fe-Si 系化合物相が破断伸びに及ぼす悪影響への対策として、(1)Fe 量を制限することによる晶出量の制御や(2)Mn 添加による金属間化合物相の形態改善が提案されている。また、高圧ダイカストのように他鑄造法よりも鑄物の冷却速度が速い場合には、Fe 系金属間化合物相が微細化することも報告されている[118,122]。

従来までに報告された Fe 量と破断伸びの関係について Fig. 2.4.4 にまとめる[125-127]。Fig. 2.4.4(a)を見ると、Mn 量が 0.6 %程度含まれる Al-Mg 系合金においては、Fe 量が 1.0 %を超えると Fe 量の増加に伴う破断伸びの低下率が大きくなる。これは過剰な Fe 添加による粗大な針状 Fe 系金属間化合物相の晶出に起因することが示唆されている[125,127]。一方で 0~1.0 %Fe の範囲を拡大した Fig. 2.4.4(b)を見ると、Fe 量が 1.0 %未満であれば Fe 量の増加に伴う破断伸びの低下率は相対的に小さいことが示唆されている。以上の報告より、Al-Mg 系合金ダイカストの高延性を維持できる Fe, Mn, Si 各許容量を把握することで、再生材の現場使用も可能であることが示唆される。

Fe 系金属間化合物は、キャビティ充填後の凝固過程だけでなく、保持炉内の溶解過程でも発生することがある。後者で発生した金属間化合物は Sludge(スラッジ)と呼ばれ、保持炉内に沈降して存在する。スラッジは凝固中に晶出する Fe 系金属間化合物よりも粗大で、破壊に起点及び亀裂進展の箇所になる。スラッジの発生は、合金組成や溶湯温度、保持時間などに依存することが報告されている[128]。合金組成を変数としたスラッジの発生クライテリアとして Sludge factor(スラッジファクター)がある[129]。車体部品の要求する機械的性質を得るためにはスラッジの発生についても留意する必要がある。

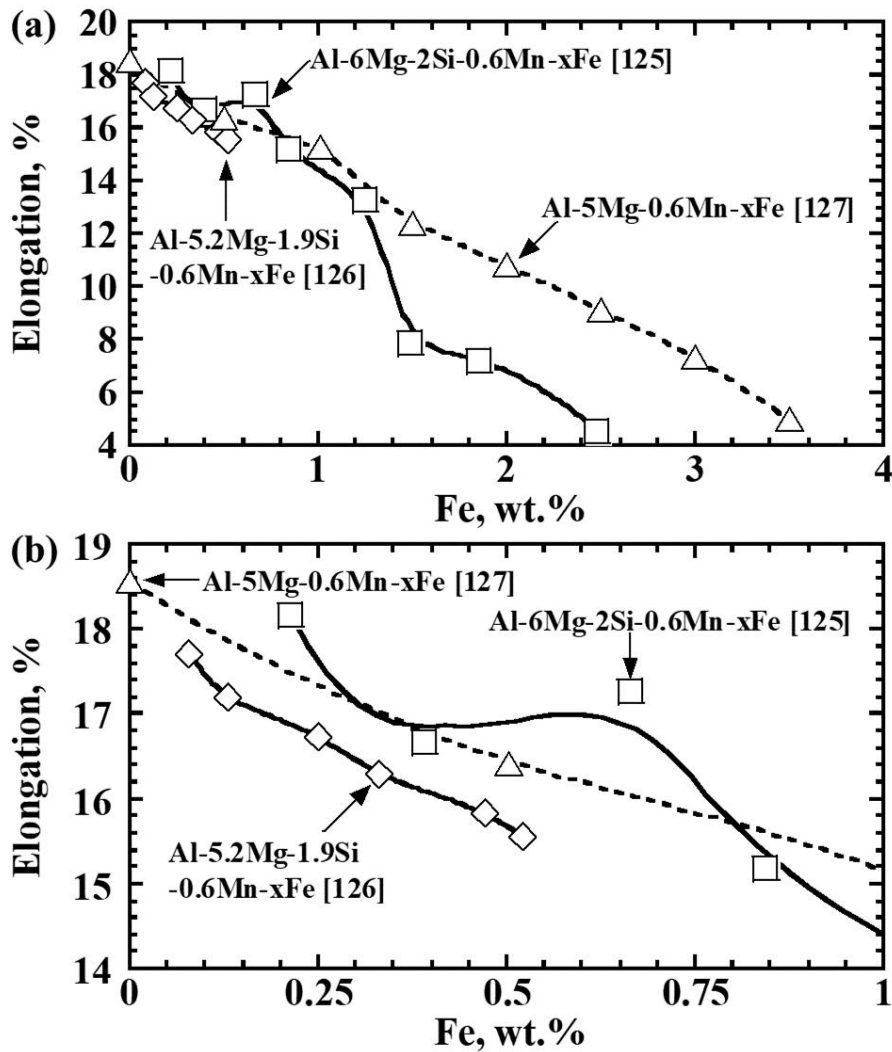


Fig. 2.4.5 (a) Effect of Fe content on elongation, (b) Enlarged view of the range of Fe content from 0 to 1.0 % [125-127].

【微細化剤が機械的性質に及ぼす影響】

低圧鋳造や重力鋳造において、Al-Mg 系合金鋳物は共晶組成に近い Al-Si 系合金鋳物に比してマクロ偏析が生じやすいことが知られている。これに対して、結晶粒の微細化によるマクロ偏析の抑制が示唆されている[82-85,87,92,94,96-99,101,102,104,130,134]。初晶 α 相の核生成サイトとなる合金元素として Ti[82-85,87,91,96-99,101,102,104,130,131], B[82,85,87,94,99,101], Zr[87,91,98,99,101,102]が添加されている。過剰な微細化剤 (Ti, B, Zr) の添加はそれぞれ粗大な初晶化合物相 (Al_3Ti , AlB_2 , Al_3Zr) を晶出させるため機械的性質が低下する。そのため、Ti 量は 0.01~1.0 %, B 量は 0.001~0.1 %, Zr 量は 0.05~0.3 % の範囲内で添加される場合が多い。

2.4.2 合金元素が凝固割れ感受性に及ぼす影響

【Mg が凝固割れ感受性に及ぼす影響】

二元系 Al-Mg 合金の凝固割れ感受性は、ある特定の Mg 量で最大凝固割れ感受性を示す [132-137]。磯部ら[135]が取得した Mg 量と凝固割れ長さの関係を Fig. 2.4.5 に示す。この傾向は Lambda curve (以下, λ カーブと称す)として知られており, その他の二元系アルミニウム合金においても同様の傾向を示す。

Al-Mg 合金の凝固割れ感受性が溶質元素量に依存性する理由として, (1)凝固温度範囲 [132,133] や, (2)合金の凝固収縮開始温度または引張強度発生温度 (Zero Strength Temperature: ZST) から固相線温度までの範囲 [135,137] が示唆されてきた。これらの温度範囲が広い合金組成ほど凝固割れ感受性が高い。また, (3)固液共存状態の引張強度増加率 (単位温度低下あたりの引張強度増加量) が小さいほど凝固割れ感受性が高いことも報告されている [135]。

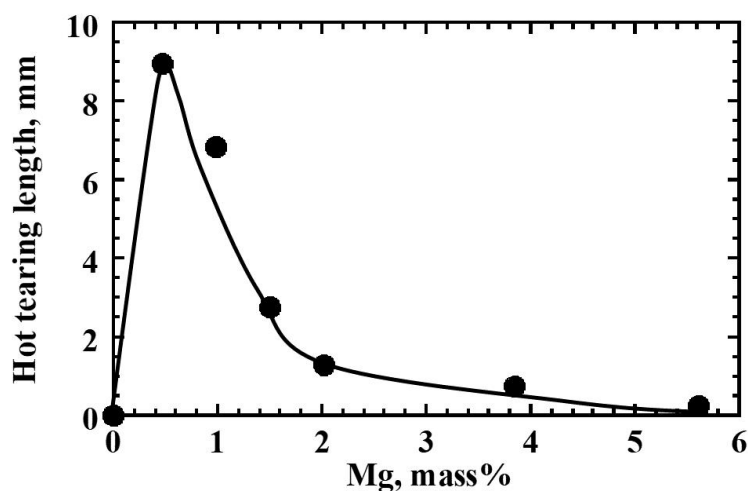


Fig. 2.4.5 Relationship between Mg content and Hot tearing length [135].

【Siが凝固割れ感受性に及ぼす影響】

Si 添加は Al-Mg 系合金の凝固割れ感受性を低減させる手法として知られている [76,85,86,93,99,103,105,124,138-144]. 擬二元共晶組成に近づけるほど凝固温度範囲を狭くなる. また共晶量も増加するため, 割れに対する液相補給能力(ヒーリング能)が向上する. Mg_2Si 相は共晶凝固膨張相(密度:約 2.0 g/cm^3)として知られており, 液相の密度(約 2.3 g/cm^3)よりも小さい. そのため, Si 添加により凝固過程における凝固収縮量を低下させることができる. Al-Mg 系合金開発の報告[76,93,105,141,142,144]を見ると, Mg と Si の比率(Mg/Si)を 2.0~3.0 とすると凝固割れ感受性が最も低減することが示唆されている.

渡邊ら[76]が取得した Al-5.5%Mg 合金に対する Si 添加量と凝固割れ感受性の関係を Fig. 2.4.6 に示す. Fig. 2.4.6(a)に示す舟型形状ダイキャストによりを調査している(DC350CL-T:東芝機械). 各組成の凝固割れ感受性は全鑄造品数に対する割れが認められた品数の割合と定義している. Fig. 2.4.6(b)より, Si 量増加に伴う共晶量の増加が凝固割れを抑制することが示唆されている.

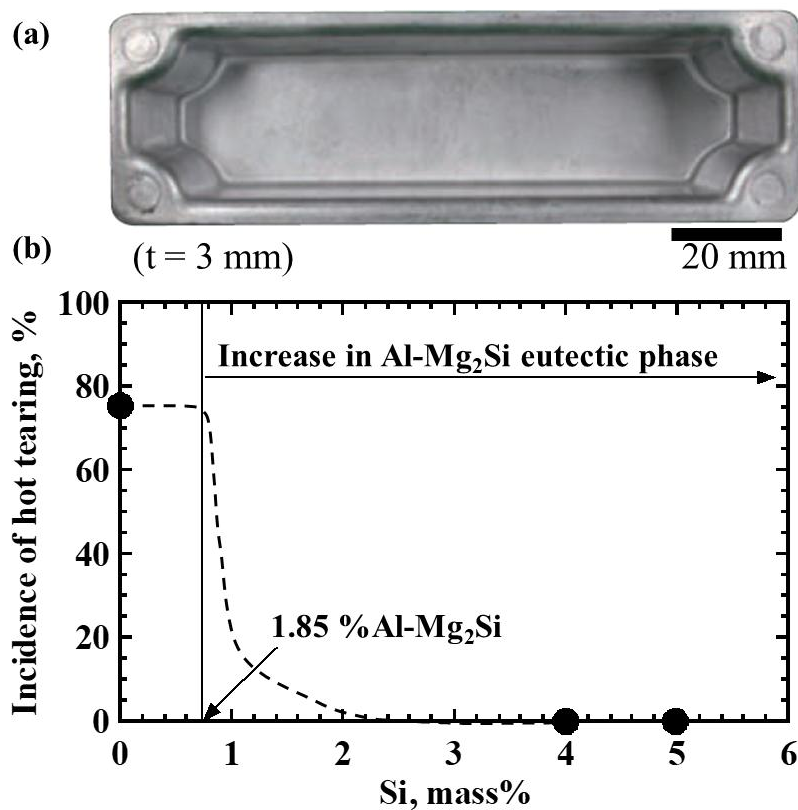


Fig. 2.4.6 (a) Photograph of boat shaped die castings, (b) Effect of Si content on hot tearing susceptibility [76].

【SiとSr共添加が凝固割れ感受性に及ぼす影響】

Al-Mg-Si系合金に対してSrを添加することで、凝固割れ感受性をより低減させることが知られている[100,145-147]。Sr添加は Mg_2Si 相を微細化させることが知られている[100,144,145,147-149]。これにより、凝固割れ感受性が低減すると推察されている[100,145,146]。

才川ら[146]はAl-6%Mg-3%Si合金に対するSr添加が凝固割れ感受性および凝固組織に及ぼす影響をI-beam試験によって調査している。凝固割れ面積率は、割れ破面内における凝固割れによる破面の面積の割合と定義し求めている。Figs. 2.4.7(a)-(c)にSrが凝固組織に及ぼす影響を、Fig. 2.4.7(d)にSrが凝固割れ面積率に及ぼす影響を示す。0~0.04%Sr添加において Mg_2Si 相の微細化に伴い凝固割れが抑制されることがわかる。しかしながら、0.04%以上のSrを添加すると、Al-Si-Sr化合物相が成形するために凝固割れが増加することが示唆されている。

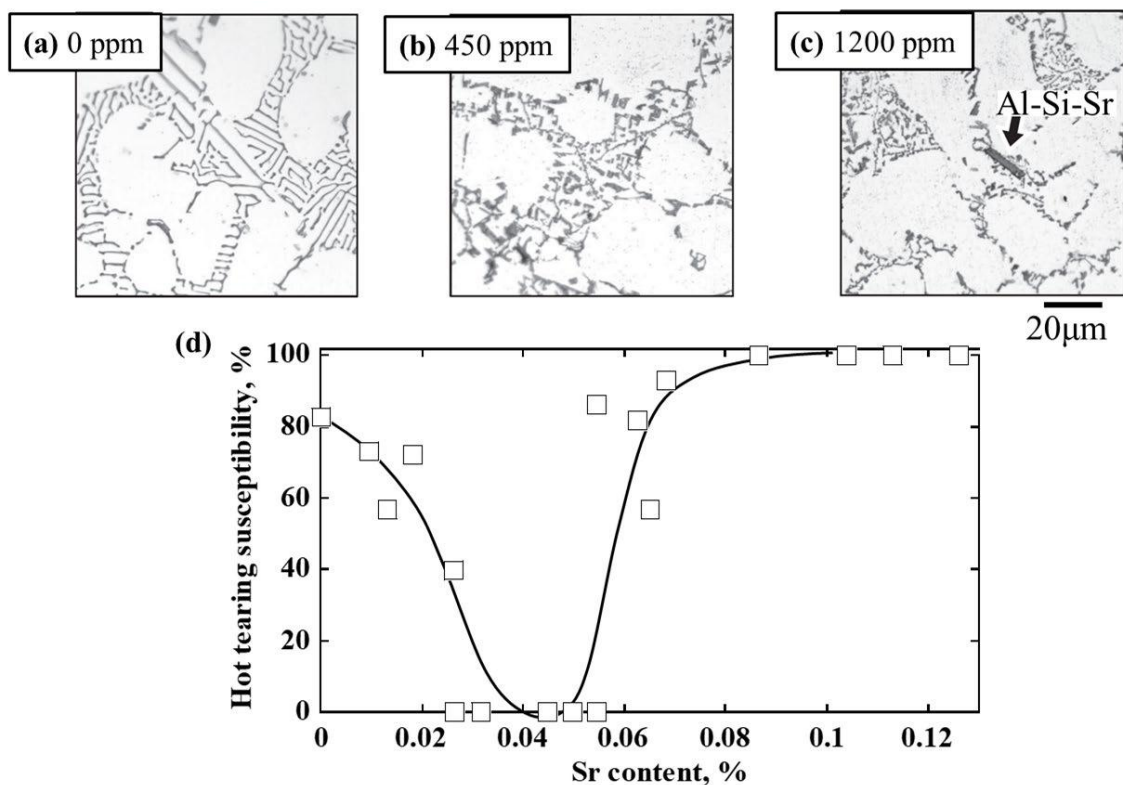


Fig. 2.4.7 Effect of Sr on both microstructure and hot tearing susceptibility: (a)0 ppm, (b)450 ppm, (c)1200 ppm, (d)relationship between Sr content and hot tearing susceptibility[146].

【Mn, Feが凝固割れ感受性に及ぼす影響】

Mn, Fe の変量により種々の金属間化合物相が晶出する. Al-Mg 系合金開発の報告 [81,96,98,125,145]や従来文献[146,147]を見ると, Si 量が 1.0 %より多いか少ないかで, Mn, Fe 変量が凝固割れ感受性に及ぼす影響が異なることが示唆される. 下記にそれぞれの調査結果をまとめる.

・Si>1.0 %で Mn, Fe を変量する場合

Mn, Fe の含有量により, β -Al₃FeSi 相と α -Al(Fe,Mn)Si 相の晶出量が増加することが示唆されている[125,144]. Alcoa の特許[124,145]によれば, Al-3.5%Mg-1.5%Si-0.83%Mn 系合金に対する Fe 含有量を増加 (Fe: 0.11~0.29 %) させて β -Al₃FeSi 相の体積率を減少 (α -Al(Fe,Mn)Si 相の体積率は増加) させると凝固割れ感受性は低減できると報告されている.

・Si<1.0 %で Mn, Fe を変量する場合

約 0.3~1.2 %の Mn が含まれている Al-Mg 系合金に対する約 0.4~0.9 %の Fe 添加は凝固割れ感受性を低減させると報告されている[81,96,98,151,152]. サミットアルミの特許[81]において, Mn と Fe 変量が凝固割れ感受性に及ぼす影響が系統的に調査されている. **Fig. 2.4.8** にリングモールド法で測定された Al-1.8%Mg 合金の凝固割れ測定結果を示す. 図中の記号は, ○印は割れなかったもの, ×印は割れが発生して完全破断したもの, △印は割れは発生したが破断に至らなかったもの, ▲印は鋳物表面にひけ割れ発生したものを示している. **Fig. 2.4.8** に示すように領域を①~③に区分する. 約 0.1 %程度の Fe 量に対して Mn 量を増加させると(領域①), 凝固割れ感受性が相対的に高くなることが示されている. 川原らの報告[151]においても同様な傾向が得られている. 約 0.4 %以上の Mn 量に対して約 0.8 %以上の Fe を添加させる領域③においても, 凝固割れ感受性が相対的に高くなることが示されている. 豊田中央研究所の特許[96]においても, Al-4.5%Mg-0.35%Mn 合金に対して Fe を 0.8 %以上添加すると凝固割れ感受性が相対的に増加することが報告されている. 一方でその中間領域②においては凝固割れ感受性が相対的に低い. このメカニズムとして, 凝固中に粒界で晶出する Al(Mn,Fe)化合物相が(1)各固相間連結を促進[96], (2)残留液相を分断[151]することに起因すると推察されている.

【微細化剤が凝固割れ感受性に及ぼす影響】

一般的に結晶粒を微細化させることで Al 合金の凝固割れ感受性が低減することが知られている[153-155]. 凝固割れ感受性が低減するメカニズムについては, 単位体積あたりの粒界面積が増加することで粒界の個々に生じるひずみが減少するためと報告されている[156]. Kimura ら[155]が取得した Ti, B および Zr の添加と凝固割れ感受性の関係を **Fig. 2.4.9** に示す. 凝固割れ感受性は I-beam 試験により評価されている. よりも結晶粒を微細化させることができるため, 凝固割れ感受性が低減すると報告している.

【Na が凝固割れ感受性に及ぼす影響】

Al-Mg 系合金に Na を添加すると, 粒界に Na が偏析して凝固割れを引き起こすことが知られている. また casting 時に凝固割れが生じなかったとしても, 偏析した Na に起因して高温脆化を引き起こすことが報告されている[157]. そのため, Al-Mg 系合金の溶湯処理に用いるフラックスは非 Na 系フラックスを用いる必要がある.

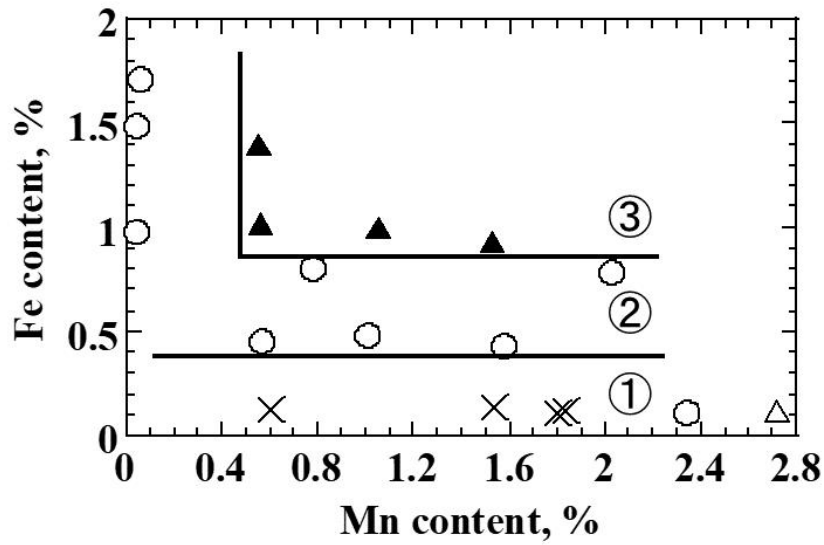


Fig. 2.4.8 Effect of both Mn and Fe contents on hot tearing susceptibility [81].

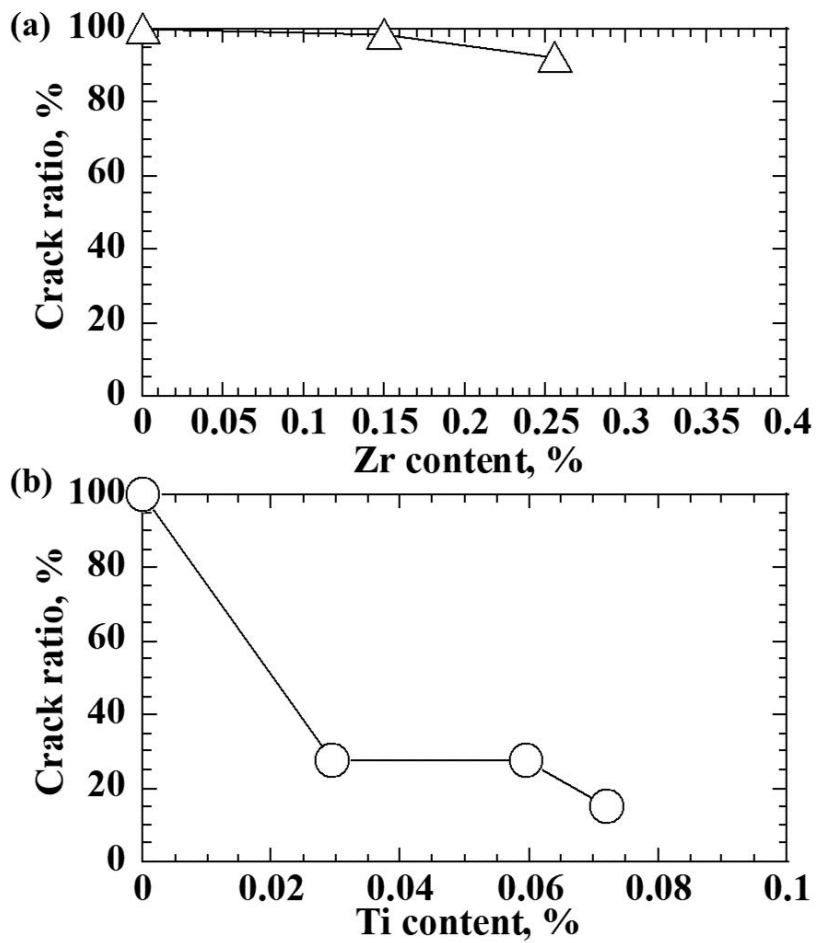


Fig. 2.4.9 Effect of (a)Zr and (b)Ti and B contents on hot tearing susceptibility [155].

2.4.3 従来までに開発された Al-Mg 系ダイカスト合金の特徴と課題

シェイプキャスティング用の非熱処理型 Al-Mg 系, Al-Mg-Si 系合金の機械的性質と凝固割れ感受性に及ぼす合金元素の影響に関する調査をまとめると, 下記のようにまとめられる.

【機械的性質】

合金元素の種類に依らず, 含有量が増加して金属間化合物相が晶出すると, 破断伸びは低下, 引張強度と耐力は向上する. これは初晶 α -Al 相より硬くて塑性変形をしない金属間化合物量が多くなることに起因すると考えられる. 過剰添加の場合は, 粗大な金属間化合物相が晶出することで機械的性質が低下する.

【凝固割れ感受性】

合金元素を添加すると, (1)共晶量, (2)凝固温度範囲, (3) 結晶粒径, (4)金属間化合物相の種類や晶出量が変化するため, 凝固割れ感受性が変化する. Al-Mg 系合金の凝固割れ感受性を(1)および(2)のメカニズムによって低減させるため, Si は 1.0~2.5 %添加される場合がほとんどである.

従来開発された Al-Mg 系ダイカスト合金のほとんどは凝固割れ感受性を低減させるために Si 量が 1.0 %以上添加されていることがわかる. 一方で Si 量の増加に伴って破断伸びが著しく低下することも示されている. このことから, 車体部品によっては, Si 量が 1.0 %を超える Al-Mg 系合金ダイカストでは要求される延性が不足する可能性が懸念される.

そこで本研究ではこれまでに, Al-Mg 系ダイカスト合金の組成と機械的性質の関係を調査した[158]. 型締力 350 t のコールドチャンバーダイカストマシン(DC350J-MH: 東芝機械)を用いて, 1.2 ~ 10 mm の多段肉厚を持つ電子部品ケースを模した平板状ダイカスト製品を铸造した(Fig. 2.4.10(a)). 引張試験片を採取し, 機械的性質を評価した. 目標値はカーメーカー等合金ユーザーの提案に基づき, 0.2%耐力:140 ~ 150 MPa と破断伸び:15 %以上と設定した. Al-Mg-Mn 系合金を基本とし, Nishi らの報告[116]をもとに Mg 量と Mn 量を系統的に変量した. また Si, Fe, Ti, B の添加量が機械的性質に及ぼす影響も調査した. これまで使用されてきたダイカスト材である JIS ADC12, JIS ADC6, Magsimal[®]-59 合金を比較対象とした. Fig. 2.4.10(b)にダイカスト試験片の肉厚が 3 mm, 6 mm における合金組成と破断伸びの関係の一部を示す. Si 量を 2.0 %含む Magsimal[®]-59 合金は肉厚が 6.0 mm において破断伸びが 10 %未満であることがわかる. また, Si を 0.6 %含む組成においても破断伸びは 10 %程度である. したがって, 従来開発された合金では 15 %以上の破断伸びが得られないことが示唆される. また従来報告[159]によれば, Si を 0.3 %以上含む場合においても 15 %以上の破断伸びが得

られないことが示唆されている。これらの結果より、非熱処理で破断伸びを 15 %以上得るためには、Si 量を 0.2%程度にしなければならないことが示唆される。2.3.2 項で得られた知見より、Si, Sr, Ti, B の共添加により Al-Mg 系合金の凝固割れ感受性が低減できることが示唆されている。このことから Si を 0.2%程度としつつ Sr を共添加することで、高延性と低凝固割れ感受性を両立できる可能性が考えられる。しかしながら、0.2 %程度の Si と Sr の共添加が Al-Mg 系合金の凝固割れ感受性に及ぼす影響についての従来報告はない。

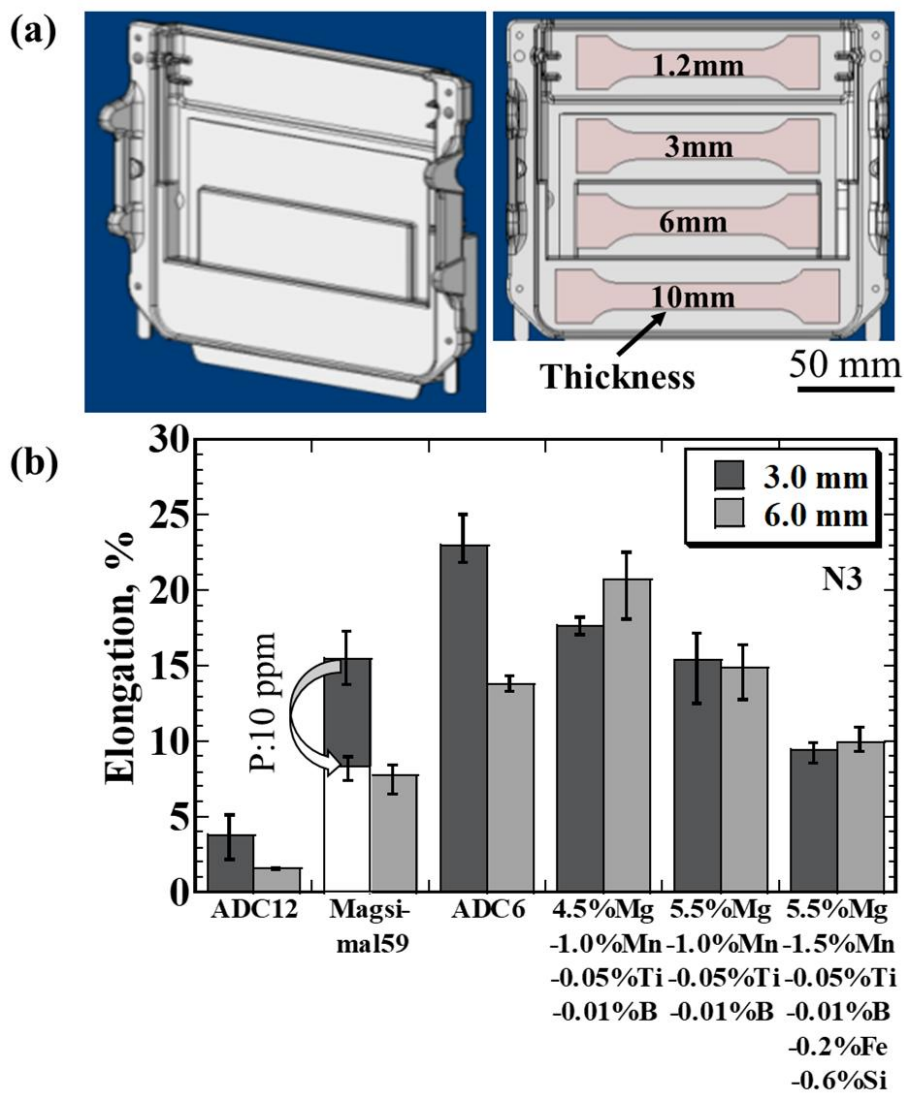


Fig. 2.4.10 (a)Dimensions of flat-shaped die castings, (b)Relationship between alloy composition and elongation [158].

2.5 レビューに基づく研究課題群の決定

第2章では、2.1節に示す3つの調査視点より、これまでに報告されてきた凝固割れ欠陥の予測とそれに基づく防止に関する従来研究をレビューした。

調査視点①と②より、熱応力解析により凝固割れを予測するためには、半凝固状態における力学挙動の支配因子の解明が必要であることがわかった。半凝固状態の合金の力学挙動は応力がひずみ速度に依存する粘性的な挙動であるため、実験的根拠のある粘性構成モデルを解析に実装することが望まれる。しかしながら、そのような力学挙動は合金種や冷却速度、金属間化合物相の晶出量などにより変化するため、それら条件を変量して実験的に粘性特性を取得することは多大なコストと時間を要する。「凝固割れ欠陥予測のための要素技術開発」として、アルミニウム合金の半凝固状態における力学挙動の支配因子を解明することが研究課題であることがわかった。これらの課題は第3章から第6章で取り扱う。

上記の「凝固割れ欠陥予測のための要素技術開発」を踏まえて、実機ダイカスト品の凝固割れ予測解析を試みる。調査視点③において、軽量化効果の高い車体構造部品用の非熱処理型 Al-Mg 系ダイカスト合金の研究開発をレビューした。その結果、これまでに開発された車体構造部品用 Al-Mg 系ダイカスト合金のほとんどは凝固割れ感受性を低減させるために 1.0 %以上 Si が含まれており、車体構造部品の種類によっては要求される延性を満たさない可能性が懸念された。そこで本研究では、車体構造部品に要求される機械的性質(特に破断伸び)を維持しつつ、かつ凝固割れ感受性の低い Al-Mg 系ダイカスト合金を開発する。開発した合金製のダイカスト試作品を成形し、機械的性質および凝固割れ感受性を評価する。最終的には流動凝固・熱応力連成解析により試作品に生じた凝固割れ欠陥の予測を試みる。この凝固割れ欠陥予測において、実験的根拠に基づく粘性構成モデルを考慮する。上記は第7章で取り扱う。

以上のように、本論はアルミニウム合金製鋳物に生じる凝固割れ欠陥予測に対して、「要素技術開発」から「実機ダイカスト品を用いた欠陥予測」まで一貫して取り扱う。本論の構造、および章毎の関連性を **Fig. 2.5** にまとめる。

① 凝固割れ欠陥予測のための要素技術開発

本研究課題群では半凝固状態における力学特性の支配因子を明らかにする。以下の概要説明のため、「実験における変量パラメータを X, 実験結果(評価値)を Y, 着目する支配因子を Z」とする。

第 3 章 半凝固状態における粘性特性の冷却速度依存性と微視損傷の影響

第 3 章では、凝固割れ予測のための熱応力解析に必要な粘性特性の冷却速度依存性と微視損傷の影響を明らかにする。従来研究では、半凝固状態の粘性特性の取得方法は 2 種類あることが報告されていた(ひずみ速度変量法と Matsushita らの手法)。各手法により応力-ひずみ曲線における粘性特性を取得する領域が異なっている(前者は最大応力時、後者は最大応力に達する前の応力とひずみ速度の両対数関係を用いる)。一方で、従来までに最大応力に達した試験片の内部には微視損傷が発生することが示唆されていた。そのため、この微視損傷の発生により、各手法で測定した粘性特性がそれぞれ異なる可能性が示唆される。しかしながら、同一の応力-ひずみ曲線から 2 手法の粘性特性を取得し、かつ粘性特性取得範囲における微視損傷の発生を観察することで、微視損傷が粘性特性に及ぼす影響を調査した報告はない。冷却速度が粘性特性に及ぼす影響に関しては、これまでに 0.28 K/s から 1.0 k/s における冷却速度範囲で調査されていた。その範囲において冷却速度の変化が粘性特性に影響を及ぼすメカニズムは溶質元素のマイクロ偏析が変化するためであることが実験的に示唆されていた。しかしながら、1.0 K/s は DC 鋳造時の冷却速度の 1/10 にも満たず、これまでに実生産条件に近い冷却速度範囲において粘性特性の冷却速度依存性は調査されていない。以上より、本章では、冷却速度および微視損傷が粘性特性に影響を及ぼすメカニズムを明らかにする。

【微視損傷】

X = 微視損傷の発生量(ひずみ速度変量法, Matsushita らの手法),

Y = 粘性特性($n_{\text{eff}} (= 1/m)$ 値, k 値),

Z = 損傷発生により増加するひずみ速度分

【冷却速度】

X = 冷却速度(1 K/s, 5K/s),

Y = 粘性特性($n_{\text{eff}} (= 1/m)$ 値, k 値),

Z = ミクロ偏析を考慮した固相率

第 4 章 凝固過程における固相結合が半凝固状態におけるアルミニウム合金の粘性特性に及ぼす影響

第 4 章では、合金系を超越した半凝固状態におけるアルミニウム合金の粘性特性の支配因子を検討する。従来文献より、初晶 α 相同士の結合(固相結合)によって粘性特性は支配されている可能性が考えられた。しかしながら、固相結合と粘性特性の関係はこれまでに調査されていない。本章では、異なる合金系に対して半凝固状態の粘性特性および初晶 α 相同士の結合率を実験的に取得し、それらの関係を調査する。それより、合金系を超越した粘性特性の支配因子を明らかにする。

【合金組成】

X = アルミニウム合金の種類(Al-2mass%Cu 合金, Al-5mass%Mg 合金),

Y = 粘性特性($n_{\text{eff}} (= 1/m)$ 値, k 値),

Z = 固相結合率

第 5 章 固相結合の数理モデルを用いた有限要素解析による半凝固状態のアルミニウム合金の粘性特性予測とその有効性の検証

第 5 章では、第 4 章で示唆された合金系を超越した支配因子に基づき、半凝固状態のアルミニウム合金の粘性特性を簡易的に予測する手法を構築する。従来研究では、イメージベース有限要素法により粘性特性を予測する手法が提案されていた。しかしながら、凝固過程の組織を実験的に取得する必要があるため、半凝固状態における引張試験程ではないがコストと時間がかかることが課題となっている。そこで本章では、4 章で明らかとなる合金系を超越した支配因子を考慮して、実験が一切不要でかつ簡易的な組織モデリング手法の提案を試みる。その解析モデルを引張応力解析して得られる粘性特性値と 4 章で取得される実験値を比較することで、支配因子を考慮した簡易的な粘性特性予測手法の有効性を検証する。

第 6 章 金属間化合物相を考慮した固相結合が Al-Mn-Cu 系合金の半凝固状態における力学特性および凝固割れ感受性に及ぼす影響

第 6 章では、凝固過程に晶出する Fe-rich IMC 相が熱交換器用 Al-Mn-Cu 合金の凝固割れ感受性および半凝固状態の力学特性に及ぼす影響を明らかにする。カーボンフットプリントの観点から、工場内または市中内におけるアルミニウム合金のリサイクルが必要である。その一方で、リサイクルの過程においてアルミニウム合金に侵入/混入不可避な元素があり、特に Fe 元素が半凝固状態の力学特性や凝固割れ感受性に及ぼす影響、またそのメカニズムの解明が望まれていた。従来文献では、Fe-rich IMC 相が力学特性に及ぼすメカニズムとして「IMC 相による初晶 α 相同士補助的な結合」が指摘されていたが、実験的に明らかではない。本章では、Al-Mn-Cu 系合金の Fe を 2 水準 (Fe = 0.15, 0.4 %) 変量した組成の凝固割れ感受性と半凝固状態における引張強度および伸び値を実験的に取得する。また Fe-rich IMC 相による初晶 α 相同士補助的な結合を固相結合率という指標で定量化する。それらの関係を調査することで、Fe-rich IMC 相が半凝固状態の合金の力学挙動に及ぼす支配因子を解明する。

【Fe-rich IMC 相量】

X = Fe 量 (Fe-rich IMC 相の晶出量),

Y = 凝固割れ感受性 (Hot tearing susceptibility, *HTS*) と半凝固状態の引張強度,

Z = Fe-rich IMC 相を考慮した固相結合率

②実機ダイカスト品の凝固割れ欠陥予測

第 7 章 高延性と低凝固割れ感受性を両立した自動車構造部品用非熱処理型 Al-4.5Mg-1.0Mn 系ダイカスト合金の開発

第 7 章では、Al-4.5Mg-1.0Mn 系合金に対する Si と Sr の共添加が凝固割れ感受性および機械的性質に及ぼす影響を調査する。これまでに開発された Al-Mg 系ダイカスト合金のほとんどは、凝固割れ感受性を低減させるために 1.0 % 以上 Si を含んでいる。そのため車体部品によっては要求される延性を満たさない可能性が懸念された。

本章では、従来よりも微量な Si (0.2 % 程度) と Ti, B, Sr の共添加によって、高延性を維持しつつ、凝固割れ感受性を低減させられるか調査する。基準の組成は、Fig. 2.4.10 より、破断伸びが肉厚 3.0 mm と 6.0 mm でともに 15 % 以上ある Al-4.5Mg-1.0Mn 系合金とする。Ti, B, Sr の添加量は、2.3 節を基に、それぞれ 0.08 %, 0.016 %, 0.025 % とする。また一般

的に溶湯中の水素量の増加は凝固割れ感受性を低減させることが知られている。そのため、溶湯内の水素量が本供試材料の凝固割れ感受性に及ぼす影響も併せて調査する。上記の共添加(Si, Sr, Ti, B, 水素)が凝固割れ感受性に及ぼす影響は、I-beam 試験鋳型を用いた重力鋳造試験により調査する。

またダイカスト試作により実機における凝固割れ性と機械的性質の調査を実施する。足回り部品であるロアリンクを鋳造する。機械的性質の目標値は、合金ユーザーの提案に基づき、0.2%耐力を 140 ~ 150 MPa, 破断伸びを 15 %以上と設定した。

本研究で開発された合金組成で示された微量 Si と Sr の共添加により凝固割れ感受性が低減するメカニズムはこれまでに明らかではない。この共添加が半凝固状態の力学特性に及ぼす影響を明らかにすることで、上記の目標値を満足する開発合金製ダイカストの成形条件を検討する。

ダイカスト試験においてロアリンクに生じた凝固割れの発生箇所を流動凝固・熱応力連成解析によって予測することを試みる。高圧ダイカストの凝固割れ予測の報告は DC 鋳造に比して少なく、またそれらの中において実験的根拠のある粘性特性を用いた報告は皆無である。そこで本研究では実験的に取得した粘性構成モデルを用いる。また従来報告で凝固割れクライテリアとして使用されていた延性曲線(破断時の臨界ひずみの温度依存性)も実験的に取得して用いる。それらによる予測結果と実部品に生じた割れ発生位置を比較する。

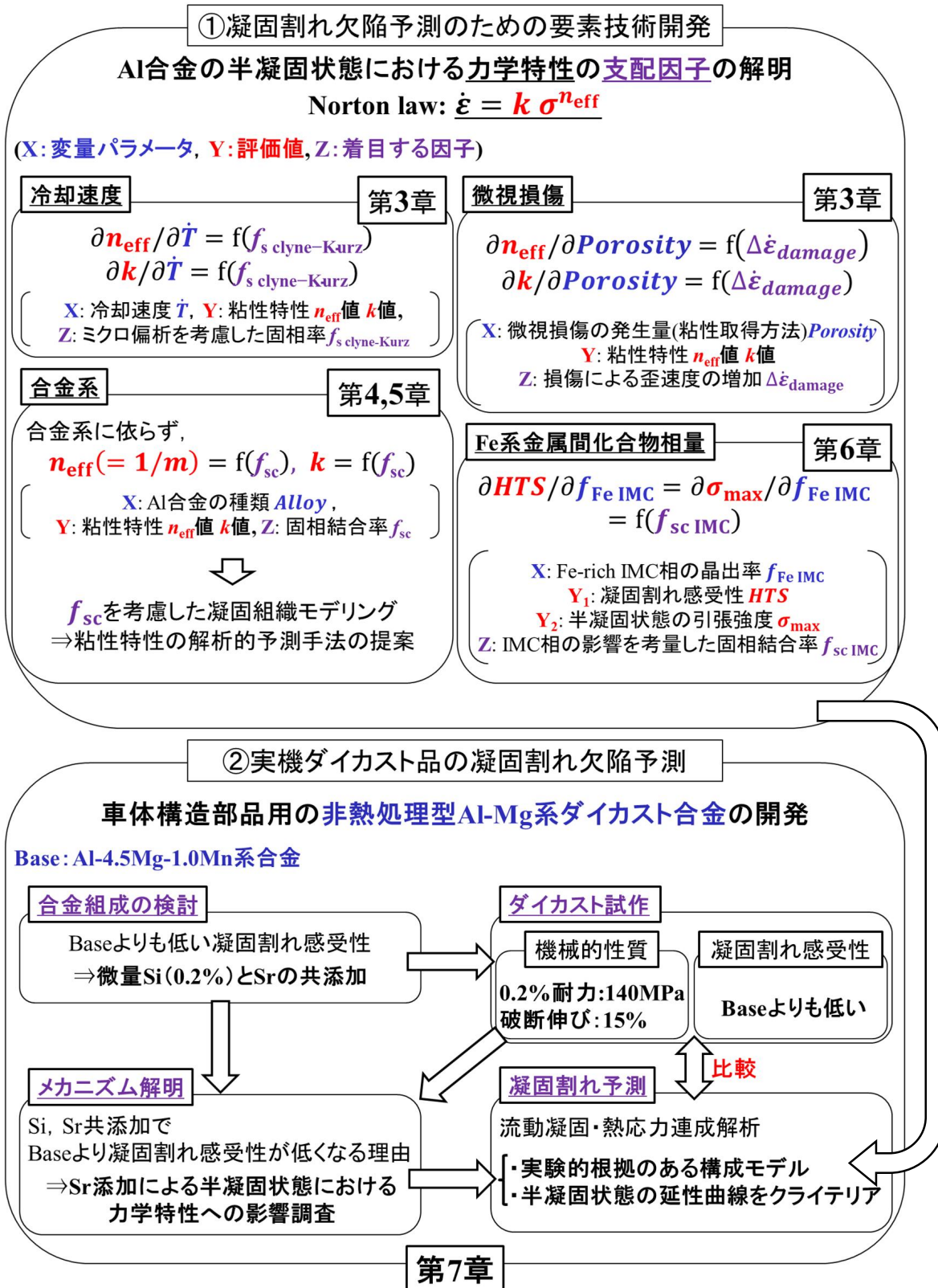


Fig. 2.5 Structure of dissertation.

参考文献

- [1] D.G. Eskin, Suyitno, and L. Katergerman: *Progress in Materials Science*, 49 (2004), 629-711.
- [2] S. Li and D. Apelian: *International Journal of Metalcasting/winter* 11.
- [3] N. Conglio and C.E. Cross: *International Materials Reviews*, 58 (2013), 375-397.
- [4] Y. Li, H. Li, L. Katergerman, Q. Du, J. Zhang, and L. Zhuang: *Progress in Materials Science*, 117 (2021), 100741.
- [5] M. Jolly, and L. Katgerman: *Progress in Materials Science*, 123 (2022), 100824.
- [6] D.G. Eskin, and L. Katergerman: *Metallurgical and Materials Transactions A*, 38A (2007), 1511-1519.
- [7] Suyitno, W.H. Kool, and L. Katergerman: *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36A (2005), 1537-1546.
- [8] T.W. Clyne and G.J Davies: *Proc. Conf. on Solidification and Castings of Metals*, Metals Society, London, 1979, 275-78.
- [9] V.U. Feurer, Neuhausen, and Rheinfahl: *Giesserei Forsch.*, 2 (1976) 75–80.
- [10] E. Niyama, T. Uchida, M. Morikawa, and S. Saito: *Imono*, 54 (1982), 3-13.
- [11] L. Katgerman: *JOM*, 34 (1982), 46-49.
- [12] 森下 誠, 阿部光宏, 徳田健二, 吉田 誠: *軽金属*, 59 (2009), 417–423.
- [13] M. A. Easton, M. A. Gibson, S. Zhu and T. B. Abbott: *Metall. Mater. Trans.*, 45A (2014), 3586–3595.
- [14] S. Kou: *Acta Mater.*, 88 (2015), 366–374.
- [15] S. Kou: *Weld. J.*, 94 (2015), 374–388.
- [16] II. Novikov: *Goryachelomkost tsvetnykh metallov i splavov (Hot shortness of non-ferrous metals and alloys)*. Moscow, Nauka, 1966, 299.
- [17] C.H. Dickhaus, L. Ohm, and S. Engler: *AFS Trans.*, 101 (1994), 677.
- [18] D.J. Lahaie and M. Bouchard: *Metallurgical and Materials Transactions B*, 32 (2001), 697.
- [19] Suyitno, W.H. Kool, and L. Katergerman: *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40 (2009), 2388-2400.
- [20] Q.L. Bai, J.C. Liu, H.X. Li, Q. Du, L. Katgerman, J.S. Zhang, et al.: *Mater. Sci. Technol.*, 32 (2016), 846-854.

- [21] B. Magnin, L. Maenner, L. Katgerman, and S. Engler: *Mater. Sci. Forum* 1209 (1996), 217-222.
- [22] L. Zhao, Wang N Baoyin, V. Sahajwalla, and R.D. Pehlke: *Int J Cast Metals Res* 13 (2000), 167.
- [23] 藤井敏男, 山本元道, 篠崎賢二, 光藤和昭: *軽金属*, 63 (2013), 14-20.
- [24] N.N. Prokhorov: *Russian Castings Production*, 1962, 172.
- [25] M. Rappaz, J.M. Drezet, and M. Gremaud: *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30 (1999), 449-455.
- [26] J.F. Grandfield, D.J. Cameron, and J.A. Taylor: *Light metals 2001*, TMS, 2001, 895.
- [27] M. Pokorny, C. Monroe, C. Beckermann, L. Bichler, C. Ravindran: *International Journal of Metalcasting*, 2(2008), 41–53.
- [28] Z. Lin, C.A. Monroe, R.K. Huff, C. Beckermann: *Modeling of Casting, Welding and Advanced Solidification Processes-XII* (2009), eds. by S.L.Cockcroft et al., TMS, 329–36.
- [29] K. D. Carlson, C. Beckermann, J. Jekl, R. Berkmortel: *Magnesium Technology 2011*, eds. by W.H. Sillekens et al., TMS, 93–100.
- [30] Suyitno, W.H. Kool, and L. Katgerman: *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36 (2005), 1537-1546.
- [31] E. Giraud, M. Suery, M. Coret: *Metall. Mater. Trans. A* 41 (2010) 2257–2268.
- [32] D. Fabrègue, A. Deschamps, M. Suéry, W. J. Poole: *Metall. Mater. Trans. A* 37 (2006) 1459-1467.
- [33] A. Zama, K. Toshimitsu, T. Watanabe, H. Chiba, T. Toriyama, M. Yoshida: *J. Jpn. Inst. Light Metals* 61 (2011) 446–451.
- [34] J.-M. Drezet, and G. Eggeler: *Scr. Metall. Mater.* 31 (1994) 757–762.
- [35] I. Farup, and A. Mo: *Metall. Mater. Trans. A* 31 (2000) 1461–1472.
- [36] J. Sengupta, S. L. Cockcroft, D. M. Maijer, and A. Larouche: *Mater. Sci. Eng. A* 397 (2005) 157-177.
- [37] M. M’Hamdi, and A. Mo: *Mater. Sci. Eng. A* 413-414 (2005) 105-108.
- [38] Suyitno, W. H. Kool, and L. Katgerman: *Metall. Mater. Trans. A* 40 (2009) 2388–2400.
- [39] N. Jamaly, A. B. Phillion and J.-M. Drezet: *Metall. Mater. Trans. B* 44 (2013) 1287–1295.
- [40] H. Iwasaki, T. Mori, M. Mabuchi, and K. Higashi: *Acta mater.* 46 (1998) 6351-6360.

- [41] R. Takai, S. Kimura, R. Kashiuchi, H. Kotaki, and M. Yoshida: *Mater. Sci. Eng. A* 667 (2016) 417-425.
- [42] R. Hirohara, Y. Kawada, R. Takai, M. Otaki, T. Okane and M. Yoshida: *Mater. Trans.*, 58 (2017), 1299-1307.
- [43] M. G. Chu: *Light Metals*, ed. By W. Schneider (The Minerals, Metals & Materials Society), (2002), 899–907.
- [44] A. Matsushita, H. Mizuno, T. Okane, and M. Yoshida: *Journal of Materials Processing Technology*, 263 (2019), 321-329.
- [45] N. Takatori, M. Amano, R. Miyachi, Y. Nagata, M.K. Faiz, and M. Yoshida: *Mater. Trans.*, 61 (2020), 2371-2377.
- [46] C. L. Martin, M. Braccini, and M. Suéry: *Mater. Sci. Eng. A* 325 (2002) 292-301.
- [47] O. Ludwig, J.-M. Drezet, C. L. Martin, and M. Suéry: *Metall. Mater. Trans. A* 36 (2005) 1525–1535.
- [48] O. Ludwig, J.-M. Drezet, P. Ménésoès, C. L. Martin, and M. Suéry: *Mater. Sci. Eng. A* 413–414 (2005) 174–179.
- [49] W. M. van Haafden, W. H. Kool and L. Katgerman: *Mater. Sci. Eng. A* 336 (2002) 1–6.
- [50] 平居正純, 竹林克浩, 吉川雄司, 山口隆二: *鉄と鋼*, 6 (1992), 902-909.
- [51] 平居正純, 竹林克浩, 吉川雄司: *鉄と鋼*, 10 (1998), 1538-1545.
- [52] 難波明彦: *軽金属*, 45 (1995), 346-354.
- [53] 岡野忍: *軽金属*, 47 (1997), 598-604.
- [54] 岡野忍: *塑性と加工* (日本塑性加工学会誌), 41 (2000), 1162-1168.
- [55] A. Matsushita, R. Takai, H. Ezaki, T. Okane, M. Yoshida: *Metall. Mater. Trans. A*, 48A (2017), 1701–1707.
- [56] M.G. Chu et al.: *Materials Science Forem*, Vols. 217-222 (1996), 1505-1510.
- [57] A.B. Phillion et al.: *Mater. Sci Eng A* 497 (2008) 388-394.
- [58] R. Takai, R. Hirohara, N. Endo, Y. Nagata, T. Okane, M. Yoshida: *Mater. Trans.* 60 (2019) 2406-2415.
- [59] J. Campbell: *Metallography* (1971) 269-278.
- [60] J. C. Borland: *Br. Weld. J.* 7 (1960) 508–512.
- [61] J.A. Williams, and A.R.E. Singer: *Journal of the Institute of Metals*, 96 (1968), 5-12.

- [62] K. Nakata, and F. Matsuda: Trans. of JWRI 24 (1995) 83–94.
- [63] P. J. Wray: Acta Metall., 24 (1976), 125–135.
- [64] A.M. Nabawy, A.M. Samuel, F.H. Samuel, and H.W. Doty: J Mater. Sci., 47 (2012), 4146-4158.
- [65] H.K. Kamga, D. Larouche, M. Bournane, and A. Rahem: Mater. Sci. Eng. A, 527 (2010), 7413-7423.
- [66] K. Ganjehfard, R. Taghiabadi, M.T. Noghani, and M.H. Ghoncheh: International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, 28 (2021), 718-728.
- [67] G. Razaz, and T. Carlberg: Metall. Mater. Trans. A, 50 (2019), 3842-3854.
- [68] S. Ji, W. Yang, F. Gao, D. Watson, and Z. Fan: : Light metals 2013, TMS, 2013, 317-322.
- [69] H. Kawahara, T. Horie, I. Aoi, Y. Sugimoto, Y. Shimizu, H. Iwahori, M. Yamashita, and S. Hayashi: Reports of the 108th J. Jpn. Inst. Light Met. Convention, (2005), 79.
- [70] X. Wang, H. Fuse and T. Haga: Reports of the 140th J. Jpn. Inst. Light Met. Convention, (2021), 25.
- [71] H. Nagaumi, S. Suzuki, T. Okane, and T. Umeda: Mater. Trans., 47 (2006), 2821-2827.
- [72] L. Sweet, M.A. Easton, J.A. Taylor, J.F. Grandfield, C.J. Davidson, L. Lu, M.J. Couper, and D.H. Stjohn: Metall. Mater. Trans. A, 44 (2013), 5396-5407.
- [73] C. Puncreobutr, P.D. Lee, K.M. Kareh, T. Connolley, J.L. Fife, and A.B. Phillion: Acta Materialia, 68 (2014), 42-51.
- [74] A. Bolouri, K. Liu, and X.-G Chen: Metall. Mater. Trans. A, 47 (2016), 6466-6480.
- [75] K. Liu, X. Cao, and X.-G. Chen: Metall. Mater. Trans. A, 42 (2011), 2004-2016.
- [76] H. Watanabe, T. Kaneuchi, S. Shimasaki, H. Yamaura and H. Nakano: Japan Die Casting Association, (2010), 109-114.
- [77] S. Ji, D. Watson, Z. Fan, and M. White: Mater. Sci. Eng. A, 556 (2012), 824-833.
- [78] Z. Hu, L. Wan, S. Wu, H. Wu and X. Liu: Materials and Design, 46(2013), 451-456.
- [79] H. Yamaura, H. Watanabe, H. Nakao and S. Shimasaki: Hitachi Metals Technical review, 29(2013), 8-13.
- [80] L. Yuan, P. Han, G. Asghar, B. Liu, J. Li, B. Hu, P. Fu and L. Peng: Acta Mater. 34(2021), 845-860.
- [81] Summit Aluminum, Ltd., T. Sumitomo and M. Harada: JP-A-1997-125182.

- [82] Mitsubishi Light Metal Industries, Ltd., N. Beck and H. Miyata: JP-A-1982-2858.
- [83] Sumitomo Light Metal Industries, Ltd., Y. Kataoka and Y. Ohukune: JP-A-1986-227145.
- [84] Sumitomo Light Metal Industries, Ltd., S. Suzuki, Y. Goto, Y. Kataoka and Y. Ohukune: JP-A-1988-103702.
- [85] Ube Industries, Ltd., M. Adachi, Y. Ogawa, H. Iwai and Y. Waku: JP-A-1989-149938.
- [86] Nippon Light Metal Company, Ltd., S. Watanabe, S. Ono, K. Nagahashi and T. Tetsumura: JP-A-1993-163546.
- [87] Toyota Central R&D Labs., Inc., Y. Shimizu and Y. Awano: JP-A-1994-330202.
- [88] Aluminum Company of America, Q.-T. Fang, S.A. Jones, J.R. Van Wert and R.C. Dickenson: WO 96/30554.
- [89] Mitsubishi Aluminum Co., Ltd., K. Ohori and H. Goto: JP-A-1997-41064.
- [90] Summit Aluminum, Ltd., T. Sumitomo and M. Harada: JP-A-1997-125183.
- [91] Hitachi Metals, Ltd., S. Morita, T. Kikuchi and A. Seki: JP-A-1999-293375.
- [92] Honda Motor Co., Ltd., S. Yoshino, S. Koike, E. Koya and M. Nakagawa: JP-A-1999-193434.
- [93] Nippon Light Metal Company, Ltd., S. Kaku and T. Ikari: JP-A-2002-146463.
- [94] Ryobi Limited, T. Komazaki, N. Nishi, I. Murashima and E. Sasaki: JP-A-2002-226934.
- [95] Nippon Light Metal Company, Ltd. and Nissan Motor Co., Ltd., S. Kitaoka, Y. Kuramasu, S. Kaku, S. Asakuno, T. Ishikari, K. Tsushima, M. Shida and H. Kambe: JP-A-2002-206133.
- [96] Toyota Central R&D Labs., Inc. and Toyota Motor Corporation, H. Kawahara, Y. Shimizu, Y. Sugiyama, T. Horie, H. Iwahori, Y. Sugimoto, M. Yamashita and Y. Okada: WO 03/023080.
- [97] Nippon Light Metal Company, Ltd., K. Hori, T. Nanda, S. Kaku and N. Okeno: JP-A-2003-147470.
- [98] Toyota Central R&D Labs., Inc. and Toyota Motor Corporation, T. Horie, H. Kawahara, Y. Shimizu, I. Aoi, Y. Sugimoto, Y. Okada and M. Yamashita: JP-A-2004-269971.
- [99] Nippon Light Metal Company, Ltd. and Nissan Motor Co., Ltd., S. Kitaoka, Y. Kuramasu, S. Kaku, S. Asakuno, T. Ishikari, K. Tsushima, M. Shida and H. Kambe: Japanese Patent No. 3734155.
- [100] Toyama University and Ahresty Corporation, S. Saikawa, G. Okazawa, H. Niwa, K. Terayama, S. Ikeno, E. Sakakibara, S. Orii and S. Takeda: WO2015/052776.

- [101] S. S. Aluminium Co., Ltd., Y. Suzuki and K. Wada: JP-A-2018-127708.
- [102] Toyota Central R&D Labs., Inc. and Toyota Motor Corporation, K. Hibi, Y. Iwata, H. Kawahara, J. Yaokawa, T. Minoura, T. Nakamichi and Y. Furukawa: JP-A-2019-173111.
- [103] Rheinfelden Alloys GmbH & Co., S. Wiesner: US-10669615-B2.
- [104] Nippon Light Metal Company, Ltd. and Nikkei MC Aluminium Co., Ltd., I. Yamamoto, T. Isobe and H. Horikawa: WO 2020/095777.
- [105] Nippon Light Metal Company, Ltd., R. Inoue, I. Yamamoto: JP-A-2021-55177.
- [106] H. Mikashima: *Imono*, 5(1943), 203-212.
- [107] M. Adachi, Y. Waku, H. Iwai, A. Okamoto, T. Ueki and T. Nishi: *J. Jpn. Inst. Light Met.* (1989), 494-500.
- [108] J. Kim, K. Seong, J. Jun, K. Kim and W. Jung: *J. KFS*, 25(2005), 216-220.
- [109] J. Cho and C. Kim: *J. KFS*, 25 (2012), 219-224
- [110] X. Zhu, H. Yang, X. Dong and S. Ji: *J. Mater. Sci.* 54(2019), 5773-5787.
- [111] C. Li, Y.Y. Wu, H. Li and X.F. Liu: *Acta Materialia*, 59(2011), 1058-1067.
- [112] V. Boyko, E. Czekaj, M. Warmuzek and K. Mykhalekov: *Metallurgy and Foundry Engineering*, 43(2017), 219-239.
- [113] S. Moriwaki, S. Fujino, K. Maita, P.T. Trang and S. Saikawa: *Reports of the 176th JFS Meeting*, (2020), 34.
- [114] H. Fuse, S. Imamura and T. Haga: *Mater. Sci. Forum*, 1007(2020), 18-22.
- [115] Gh. Ashuri, M. Emamy, M. Bidel and F. Khoshshout: *iMAT conference 2015*, 1-12.
- [116] N. Nishi, S. Kami, Y. Takahashi, H. Komoto and J. G. Conley: *Miner. Met. Mater. Soc.*, 45 (1988), 1-464.
- [117] H.A. Razazi, M. Paidar and O.O. Ojo: *Vacuum*, 155(2018), 619-630.
- [118] Y. Liu, G. Huang, Y. Sun, L. Zhang, Z. Huang, J. Wang and C. Liu: *Materials*, 88(2016), 1-14.
- [119] X. Luo, H. Fang, H. Liu, Y. Yan, H. Zhu and K. Yu: *Mater. Trans.* 60 (2019) 737–742.
- [120] Z. Que and C.L. Mendis: *J. Alloy. Compd.*, 836 (2020) 155515.
- [121] Z.T. Liu, C. Wang, Q. Luo, J. You, X.L. Zhou, J. Xu, Y.T. Mo, J.W. Song, M. Zha and H.Y. Wang: *Materialia*, 13 (2020) 100850,
- [122] A.Y. Algendy, K. Liu and X.G. Chen: *MATEC Web Conf.*, 326 (2020) 02002,

- [123] Y. Zhao, D. Song, H. Wang, Y. Jia, B. Lin, Y. Tang, Y. Tang, D. Shu, Z. Sun, Y. Fu and W. Zhang: *J. Alloys Compd.*, 901(2022) 163666.
- [124] Alcoa USA Corp., X. Yan: US-2019-032745-A1.
- [125] S. Ji, W. Yang, F. Gao, D. Watson, and Z. Fan: *Light Metals* 2013, 317-322.
- [126] H. Yang, S. Ji, D. Watson, M. White and Z. Fan: *Mater. Sci. Forum*, 794-796(2014), 1077-1082.
- [127] X. Zhu, P. Blake, K. Dou and S. Ji: *Mater. Sci. Eng. A*, 732(2018), 240-250.
- [128] G. Saito, K. Takagi and M. Yoshida: *J. JFS*, 83(2011), 47-57.
- [129] J.L. Jorstad: *Die Casting Engineer*, 24(1980), 30-36.
- [130] S. Ji, D. Watson, Y. Wang, M. White and Z. Fan: *Mater. Sci. Forum*, 765(2013), 23-27.
- [131] Y. Zhang, F. Yan, Y.H. Zhao, C.L. Song and H. Hou: *Mater. Res. Express*, 7(2020) 036526.
- [132] R.A. Rosenberg, M.C. Flemings and H.F. Taylor: *Trans. AFS*, 68(1960), 518–528.
- [133] V.D.L. Davies: *Br. Foundrym.*, 63 (1970), 93–101.
- [134] T.W. Clyne and G.J. Davies: *Br. Foundrym.*, 68 (1975), 238–244.
- [135] T. Isobe, M. Kubota and S. Kitaoka: *Imono*, 50(1978), 25-30.
- [136] T.W. Clyne and G.J. Davies: *Br. Foundryman*, 74 (1981), 65–73.
- [137] D.G. Eskin, Suyitno, J.F. Mooney and L. Katgerman: *Metal. Mater. Trans. A*, 35(2004), 1325-1335.
- [138] P.H. Jennings, A.R.E. Singer and W.I. Pumphrey: *J. Inst. Met.*, 74(1947), 227–47.
- [139] M.A. Easton, H. Wang, J. Grandfield, C.J. Davidson, D.H. Stjohn, L.D. Sweet and M.J. Couper: *Metal. Mater. Trans. A*, 43(2012), 3227-3238.
- [140] B. Hu, D. Li, Z. Li, J. Xu, X. Wang and X. Zeng: *Metal. Mater. Trans. A*, 52(2021), 789-805.
- [141] S. Saikawa, Y. Maeda, S. Ikeno, K. Ota and S. Orii: *J. JFS*, 87(2015), 39-45.
- [142] A.W. Shah, S.H. Ha, B.H. Kim, Y. Yoon, H.K. Lim and K. Kim: *Metal. Mater. Trans. A*, 52(2021), 3353-3365.
- [143] M. Shimizu, Y. Nagata, N. Oshiro, S. Miyaziri, T. Danno and M. Yoshida: *J. JFS*, 91(2019), 436-438.
- [144] Alcoa USA Corp., X. Yan: Wo 2019/217319-A1.

- [145] S. Saikawa, G. Aoshima, G. Okazawa and S. Ikeno: J. JFS, 87(2015), 538-544.
- [146] S. Saikawa, G. Aoshima, N. Hattori, S. Ikeno and E. Yanagihara: J. JFS, 87(2015), 561-568.
- [147] Alcan International Ltd., J. Langlais, A. Lemieux and N. Andrade: US-2008-0299001-A1.
- [148] Y. Hiromura, T. Nakata, Y. Wang, G. Aoshima and S. Saikawa: Reports of the 178th JFS Meeting, (2021), 10.
- [149] Y. Mingbo, P. Fusheng, C. Renju and S. Jia: Mater. Sci. Eng. A, 489(2008), 413-418.
- [150] M. Tebib, A.M. Samuel, F. Ajersch and X.-G. Chen: Mater. Charact., 89(2014), 112-123.
- [151] H. Kawahara, T. Horie, I. Aoi, Y. Sugimoto, Y. Shimizu, H. Iwahori, M. Yamashita and S. Hayashi: Reports of the 108th J. Jpn. Inst. Light Met. Convention, (2005), 79.
- [152] X. Wang, H. Fuse and T. Haga: Reports of the 140th J. Jpn. Inst. Light Met. Convention, (2021), P25.
- [153] M. Easton, H. Wang, J. Grandfield, D. Stjohn and E. Sweet: Mater. Forum, 28(2004), 224-229.
- [154] S. Lin, C. Aliravci and M.O. Pekguleryuz: Metal. Mater. Trans. A, 38(2007), 1056-1068.
- [155] R. Kimura, H. Hatayama, K. Shinozaki, I. Murashima, J. Asada and M. Yoshida: J. Mater. Process Technol., 209(2009), 210-219.
- [156] H.F. Bishop, C.G. Ackerlind, and W.S. Pellini: Trans. AFS, 65(1957), 247-258.
- [157] K. Horikawa, S. Kuramoto and M Kanno: J. Jpn. Inst. Light Met. (1998), 371-374.
- [158] J. Ito, S. Kitaoka, N. Oshiro, N. Nonaka, T. Koike and M. Yoshida: J. JFS, 89(2017), 795-798.
- [159] Y. Nagata, M. Shimizu, T. Gouda, K. Hayashi, H. Kambe, T. Danno, S. Miyaziri, N. Oshiro and M. Yoshida: J. JFS, 91(2019), 432-435.

第3章 半凝固状態における粘性特性の冷却速度依存性と

微視損傷の影響

3.1 緒言

凝固割れ予測のための熱応力解析に必要な粘性特性(Norton 則における n_{eff} 値, k 値)を取得する方法には 2 種類の方法が存在する. 1 つ目は, ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_{\text{visco}}$ を変量して半凝固状態における引張試験を行い, 取得された各応力-ひずみ曲線における最大応力($\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3, \dots$)とその時のひずみ速度($\dot{\epsilon}_{\text{visco}1}, \dot{\epsilon}_{\text{visco}2}, \dot{\epsilon}_{\text{visco}3}, \dots$)によって粘性特性を決定する方法である. この方法は広原らなど従来報告[1-3]で用いられてきた方法である. 以下, 歪速度変量法と称す. 2 つ目は, Matsushita ら[4]が提案した方法であり, 半凝固状態における応力-ひずみ曲線の最大応力に達する前の応力とひずみ速度の関係から粘性特性を決定する方法である. 以下, Matsushita らの手法と称す. なお, 各取得方法の詳細は 3.2.5 項に記載している. Magnin らの報告[5]によると, 半凝固状態における最大応力時の試験片の内部には微視損傷が発生することが示唆されている. したがって, これら2種の方法で得られる粘性特性は, 微視損傷の発生により, それぞれ異なる値を示す可能性がある. しかしながら, 微視損傷が粘性特性に及ぼす影響を実験的に調査した報告はない.

また粘性特性は冷却速度依存性を持つことが報告されている[1,6,7]. 広原ら[1]は, 冷却速度範囲が 0.24 K/s - 0.78 K/s の半凝固状態における Al-5mass%Mg 合金の粘性特性の冷却速度依存性を実験的に調査し, 冷却速度によるマイクロ偏析の違いが粘性特性に影響を及ぼすことを実験的に明らかにした. また冷却速度によるマイクロ偏析を考慮した粘性特性の予測手法も提案している. しかしながら, Chu ら[8]によると, 半連続铸造(DC 铸造)時における冷却速度は 0.4 - 10 K/s と報告されており, 広原らが調査した冷却速度範囲は DC 铸造時の 1/10 に満たないことがわかる. また, 高圧ダイカスト時の冷却速度は~100 K/s であることが知られている. 実際の生産条件に近い冷却速度範囲内においても広原らが提案したマイクロ偏析を考慮した粘性特性の予測手法が適用できるのか調査することが望まれている.

本章では, 従来までに使用されている 2 種の粘性特性取得方法について, 微視損傷の影響によって取得される値が異なるのか実験的に明らかにする. また, 実生産条件に近い冷却速度範囲における粘性特性の冷却速度依存性を明らかにする. 供試材料は, 従前に粘性特性の冷却速度依存性を調査した広原ら[3]と同様に, Al-5mass%Mg 合金を使用する. 冷却速

度は 1 K/s と 5 K/s の 2 条件とし、各冷却速度における半凝固状態の粘性特性を実験的に測定し、広原らが報告した結果との比較を行う。また上述 2 種類の手法を用いて粘性特性をそれぞれ取得し、それらの比較を行う。上記の実施により、微視損傷状態が各粘性特性の取得方法に及ぼす影響を明らかにする。また、実生産条件に近い冷却速度範囲においても広原らの知見が適用できるか明らかにする。

3.2 実験方法

3.2.1 供試材料および温度と固相率の関係

Al-5mass%Mg 合金を用いた。その組成を **Table 1** に示す。引張試験温度を決定するために、冷却速度 1 K/s と 5 K/s における温度と固相率の関係を調査した (**Fig. 3.1**)。固相率計算には、**Eqs.(3.1)~(3.3)**に示す溶質元素の固相内拡散を考慮した Clyne-Kurz モデル[9]を使用した。

$$f_s(T) = \left(\frac{1}{1 - 2\Omega k_0} \right) \left\{ 1 - \left(\frac{T_M - T}{T_M - T_L} \right)^{(1-2\Omega k_0)/(k_0-1)} \right\} \quad (3.1)$$

$$\Omega = \alpha \left[1 - \exp\left(-\frac{1}{\alpha}\right) \right] - \frac{1}{2} \exp\left(-\frac{1}{2\alpha}\right) \quad (3.2)$$

$$\alpha = \frac{4D_s t_f}{\lambda_2^2} \quad (3.3)$$

ここで、 k_0 は平衡分配係数、 T_M は純金属の融点、 T_L は合金の液相線温度である。 α は凝固パラメータであり、 D_s は溶質元素の固相内拡散係数、 t_f は局所凝固時間、 λ_2 は二次デンドライトアーム間の距離(以下、DAS II)である。計算に使用する t_f および DAS II は本研究の実験値であり、その他のパラメータは広原ら[1]が計算に用いた値を使用した。**Table 3.2** に使用したパラメータを示す。**Fig. 3.1** より、液相線が 637 °C、固相線が 450 °C であることがわかる。引張温度は固液共存状態である 460 °C、490 °C、520 °C と固相線以下の 430 °C とした。

Table 1 Chemical compositions of Al-5mass%Mg alloy and A5056 alloy (mass%).

Alloy	Cu	Si	Mg	Zn	Fe	Mn	Cr	Ti	Al
Al-5mass%Mg	0.01	0.05	4.64	0.01	0.11	0.40	0.00	0.01	Bal.
A5056	0.01	0.08	4.70	0.01	0.17	0.07	0.07	0.00	Bal.

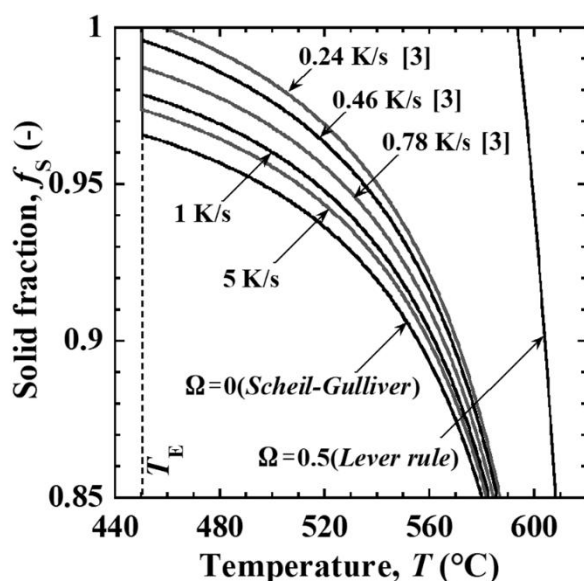


Fig. 3.1 Solid fraction vs. temperature curves calculated by Clyne-Kurz model.

Table 2 Parameters of Eqs. (3.1)-(3.3) used for calculation of solid fraction.

Cooling rate, K/s	t_f , s	λ_2 , μm	D_s , $\mu\text{m}^2/\text{s}$	k_0	α	Ω
1	180	46.3	0.06 ⁽¹⁷⁾	0.35 ⁽¹⁸⁾	0.0214	0.0214
5	36	26.3			0.0133	0.0133

3.2.2 高周波誘導加熱式半凝固引張試験

冷却速度 1, 5 K/s における半凝固状態の粘性特性を取得するために、高周波誘導加熱式引張試験装置を作成した。引張試験装置の概観を Fig. 3.2 に、試験片の寸法を Fig. 3.3 に示す。Fig. 3.3 において、長さ 100 mm の試験片の中心を原点 ± 0 mm とし、原点より装置の上部を正、下部を負の値とする。本研究ではこの装置を用いて半凝固状態における真応力-真ひずみ曲線を取得した。装置の詳細について以下に示す。

- (i) 試験片に溶け落ち防止管(材質:ムライト)を取り付けて高周波コイルの誘導加熱により試験片の中心部を局所的に溶融させた。この点については Nagaumi ら[10]の方法を参考にした。その際、試験片上部とアクチュエータをナットで固定し、試験片下部をロードセルに接続された油圧サーボモータとナットで固定することで、試験片全体は拘束されている。また試験装置には熱膨張検出計が取り付けられている。これにより昇温時における試験片の膨張や引張温度まで試験片を冷却する際に発生する凝固収縮による荷重を検出する。検出された収縮荷重はアクチュエータの動作によりキャンセルすることができる。

- (ii) 引張試験の際の試験片の温度は原点に挿入した K 熱電対の温度を基に PID 制御されている。目標引張温度 520 °C における半凝固引張試験の温度履歴を Fig. 3.4 に示す。
- (iii) 引張温度(所定の試験片温度), 冷却速度, 引張速度を変量して引張試験を行った。実験条件を Table 3.3 に示す。
- (iv) Nagaumi ら[10]の装置では半凝固状態の部分が全て溶け落ち防止管に覆われているため, 可視化してひずみを取得することができない。本装置では, Fig. 3.3 に示すように溶け落ち防止管にスリット加工を施すことで, 試験片の引張変形の様子を可視化した。引張試験時には可視化範囲(長さ 8 mm×幅 2 mm)を高速度ビデオカメラにより撮影した。撮影した動画(Fig. 3.5)に映ったデンドライトをマーカーとして, 割れ発生位置を挟んだ 2 点間を追尾することで真ひずみを取得した。

真応力, 真ひずみの取得方法は従来報告[1,2]に記載されている方法と同様である。

Table 3 The tensile test condition.

Tensile temperature, °C	430, 460, 490, 520
Cooling rate, K/s	1, 5
Tensile rate, mm/s	0.01, 0.03

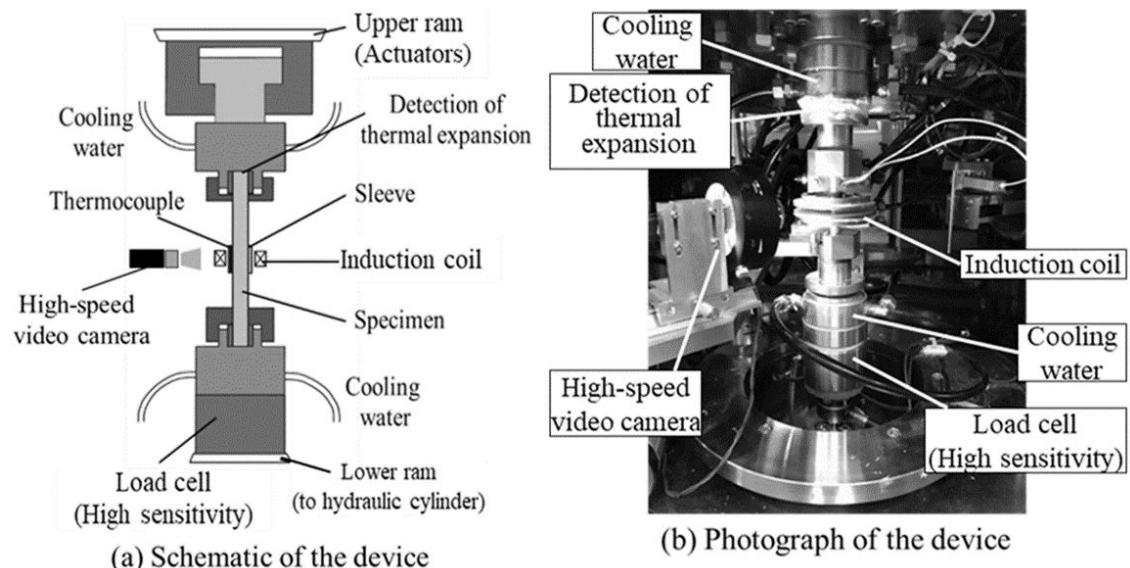


Fig. 3.2 Schematics of a high frequency induction heating tensile test device (a) schematic of the device (b) photograph of the device.

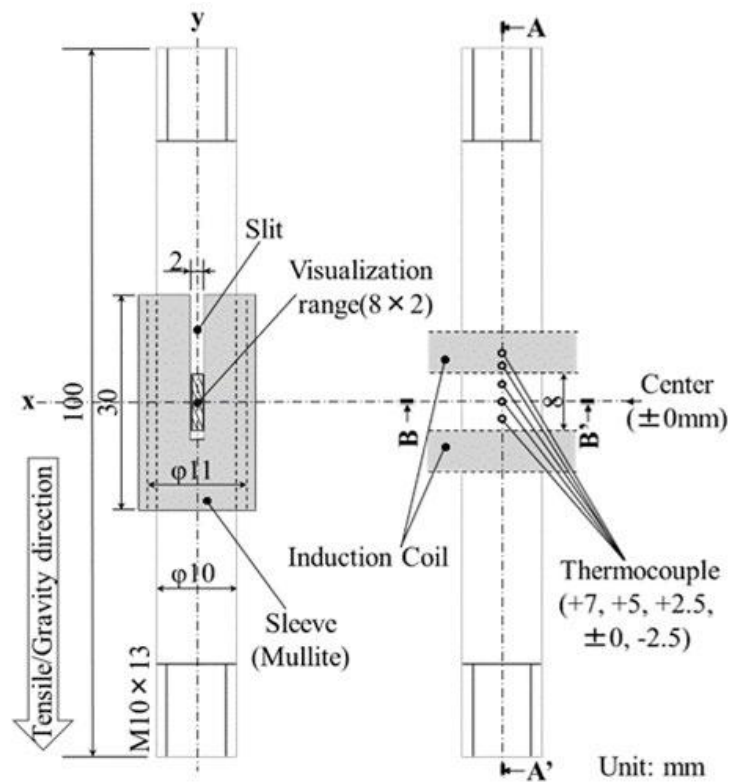


Fig. 3.3 Dimensions of the test piece and the sleeve.

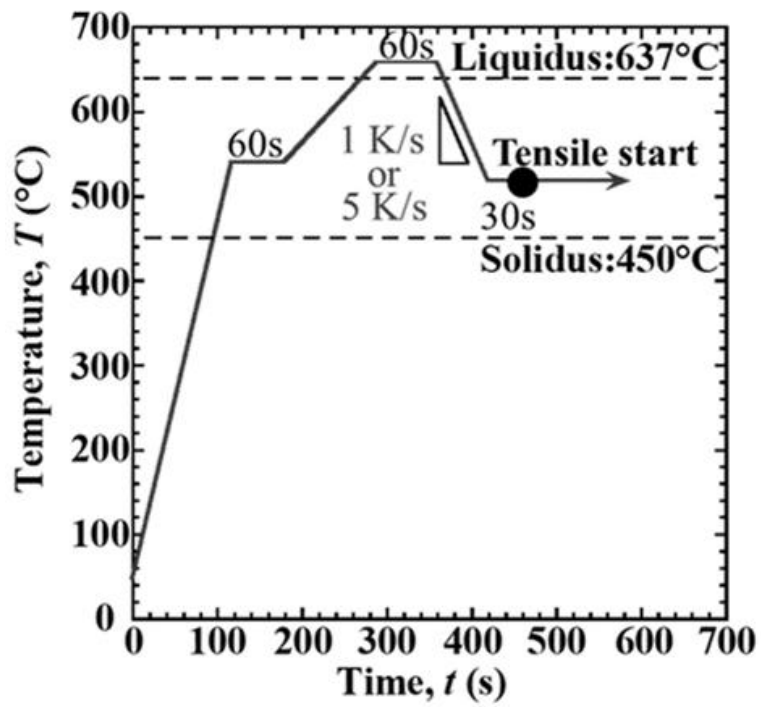


Fig. 3.4 A temperature history of tensile test.

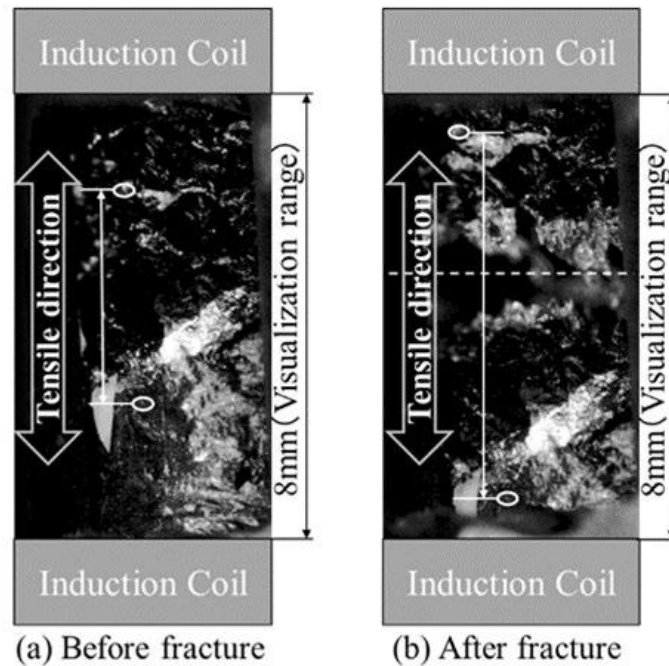


Fig. 3.5 Surface of the test piece including gage length.

3.2.3 試験片溶融範囲の確認

半凝固法では試験片が液相線温度以上まで達する必要がある。ひずみ取得範囲が液相線温度に達したことを確認するために、試験片の長手方向における溶融範囲を調査した。この検証においては前述の合金組成とほぼ同組成である A5056 アルミニウム合金を用いた。熱電対を原点およびその ± 2.5 mm, +7 mm (制御用)の位置に挿入して、ひずみ取得範囲前後の温度分布を測定した。A5056 合金の組成を **Table 3.1** に示す。また、液相線温度以上に加熱後、高周波電源を OFF にして固相線温度以下まで空冷した試験片の組織を観察した。試験片を **Fig. 3.3** の Section A-A' で切断し、切断面を鏡面研磨した後に光学顕微鏡で観察した。

3.2.4 試験片の温度分布調査

半凝固引張試験におけるひずみ取得部の均熱を保証するため、ひずみ取得部の長手方向および半径方向の温度分布を調査した。長手方向の温度分布は、熱電対を試験片の原点 (制御用) およびその ± 2.5 mm, +5 mm の位置に挿入することで測定した。半径方向の温度分布は、試験片の原点において、表面から深さ 2 mm 地点 (制御用)、深さ 4 mm 地点に熱電対を挿入して測定した。

3.2.5 粘性特性の取得方法

3.2.5.1 ひずみ速度変量引張試験法

ひずみ速度を変量して取得される各応力-ひずみ曲線における最大応力($\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3 \dots$)とその時のひずみ速度($\dot{\epsilon}_{\text{visco}1}, \dot{\epsilon}_{\text{visco}2}, \dot{\epsilon}_{\text{visco}3} \dots$)の両対数関係を得ることで, **Eq. (3.5)**にしたがって粘性特性を取得することができる.

$$\log \dot{\epsilon}_{\text{visco}} = n_{\text{eff}} \log \sigma + \log k \quad (3.5)$$

Eq. (3.5)より, 両対数関係の傾きを n_{eff} 値, $\log \sigma = 0$ ($\sigma = 1 \text{ MPa}$) 時のひずみ速度を k 値として決定することができる.

3.2.5.2 Matsushita らの手法

Matsushita らの提唱した手法の概要を下記に示す. 固液共存状態の構成式として, 全ひずみは弾性ひずみと非弾性ひずみを直列でつないだものとする. マクスウェルモデルに従うと仮定する. 非弾性ひずみは粘性ひずみと加工硬化に寄与する塑性ひずみから構成されるが, 固液共存状態においては加工硬化が生じないと仮定できるため, 以下の構成式を得る.

$$\epsilon_{\text{total}} = \epsilon_{\text{elastic}} + \epsilon_{\text{visco}} \rightarrow \dot{\epsilon}_{\text{total}} = \dot{\epsilon}_{\text{elastic}} + \dot{\epsilon}_{\text{visco}} \quad (3.8)$$

$$\begin{aligned} \epsilon_{\text{elastic}} = \sigma/E &\rightarrow \dot{\epsilon}_{\text{elastic}} = \dot{\sigma}/E && \text{Hooke's law} \\ \dot{\epsilon}_{\text{visco}} = k\sigma^{n_{\text{eff}}} &&& \text{Norton law} \end{aligned} \quad (3.9)$$

ここで ϵ_{total} は全ひずみ, $\epsilon_{\text{elastic}}$ は弾性ひずみ, ϵ_{visco} は粘性ひずみ, σ は真応力, n_{eff} はべき乗則指数, K は材料定数, E はヤング率である. 固液共存状態のヤング率については熱力学計算ソフトウェア (JMatPro6.0: ThermoTech) で算出したヤング率を用いた. **Eqs. (3.8), (3.9)** より **Eq. (3.10)** が導出される.

$$\log \dot{\epsilon}_{\text{visco}} = \log \left(\dot{\epsilon}_{\text{total}} - \frac{\dot{\sigma}}{E} \right) = n_{\text{eff}} \log \sigma + \log k \quad (3.10)$$

Eq. (3.10) が Matsushita らが提案した手法の関係式である. 半凝固状態における合金の力学挙動が Norton 則と Hooke の法則によって構成される **Eq. (3.8)** のマクスウェルの全ひずみの関係を満たすとき, 応力と粘性ひずみ速度の両対数関係が直線になる. **Eq. (3.10)** に示すように傾きが n_{eff} 値, 切片すなわち $\log \sigma = 0$ ($\sigma = 1 \text{ MPa}$) 時のひずみ速度が k 値として決定される. なお Matsushita らの手法の特徴は, 前述のひずみ速度変量引張試験法と異なり, 真応力が最大真応力に到達する必要がなく, 凝固割れの原因となる低延性の状態であっても粘性特性を算出できる点にある. 換言すれば, 従来方法では真応力-真ひずみ曲線が最大真応力に到達する前に破断を示す場合は, 粘性特性を求めることは不可能である.

3.2.6 ひずみ取得部における組織観察

Fig. 3.3 に示したひずみ取得部の断面 (Section B-B') から 1 K/s と 5 K/s における平均結晶粒径と DAS II を測定した. 鏡面研磨したひずみ取得部の断面を 2.2 mass% HBF_4 水溶液で電解腐食することで平均結晶粒径を測定した. DAS II については鏡面研磨したひずみ取得部の断面を 2 mass% 水酸化ナトリウム水溶液によりエッチングすることで観察した. 広原ら⁵⁾の報告では冷却速度の増加によりマイクロ偏析が促進されることが述べられている. そこで本研究でも冷却速度とマイクロ偏析の関係を調査するため, WDX 型 EPMA による Mg 濃度分布の測定を行った. Al-Mg 二元系平衡状態図[11]より 450 °C まで液相が残留していた場合には $\text{L} \rightarrow \alpha + \text{Al}_3\text{Mg}_2$ の共晶反応が起きる. Mg のマイクロ偏析が促進されると, それに伴い 450 °C における共晶融液量は増加する. そこで本研究では共晶反応が生じる Mg の最大固溶限である 17 mass% 以上の部分の面積率を測定した.

3.3 実験結果

3.1 試験片熔融範囲の確認と温度分布の取得の結果

Fig. 3.6 にひずみ取得範囲の温度分布を示す(#1 は 1 回目, #2 は 2 回目の実験結果を表す). -2.5 mm 地点から+5 mm 地点前後までの範囲で試験片が液相線温度に達していることが分かる. 試験片を液相線以上まで加熱した後に固相線温度以下まで空冷した試験片のひずみ取得部の組織を Fig. 3.7 に示す. Fig. 3.6 の温度分布より, Fig. 3.7(b) は Fig. 3.7(a), (c) よりも相対的に凝固が遅れるため, 収縮巣(ポロシティ)がより顕著に生じたと考えられる. 試験片の原点から±4.5 mm においてデンドライト組織が観察される. ゆえに, 試験片熔融範囲は原点から±4.5 mm であり, 引張変形の可視化範囲(原点から±4 mm)において試験片が液相線温度に達していることが確認できる.

Fig. 3.8 に目標引張温度を 490 °C に設定した際の試験片長手方向の温度分布を示す. 長手方向の温度は 490 °C~495 °C である. Fig. 3.1 を用いて温度を固相率 f_s に変換すると, 冷却速度が 1 K/s の時は $f_s=0.963\sim 0.965$, 5 K/s では $f_s=0.958\sim 0.960$ であり, ひずみ取得部における固相率の差はほとんどないことが分かる. 目標引張温度を 490 °C に設定した際に引張温度で 30 s 保持後の半径方向の温度は 479.5 ~ 480.5 °C であった. これを固相率に変化すると 1 K/s では $f_s=0.967\sim 0.969$, 5 K/s では $f_s=0.9646\sim 0.9650$ であり, 半径方向においても長手方向と同様に固相率の差はほとんどないことが分かる.

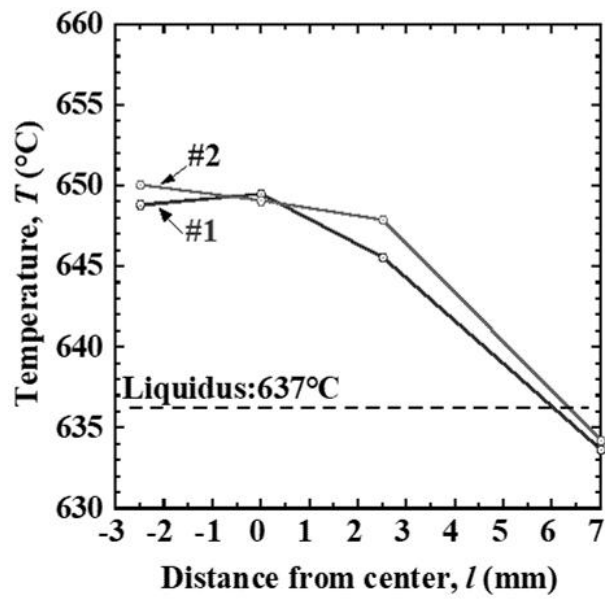


Fig. 3.6 Example of the temperature distribution in the test piece.

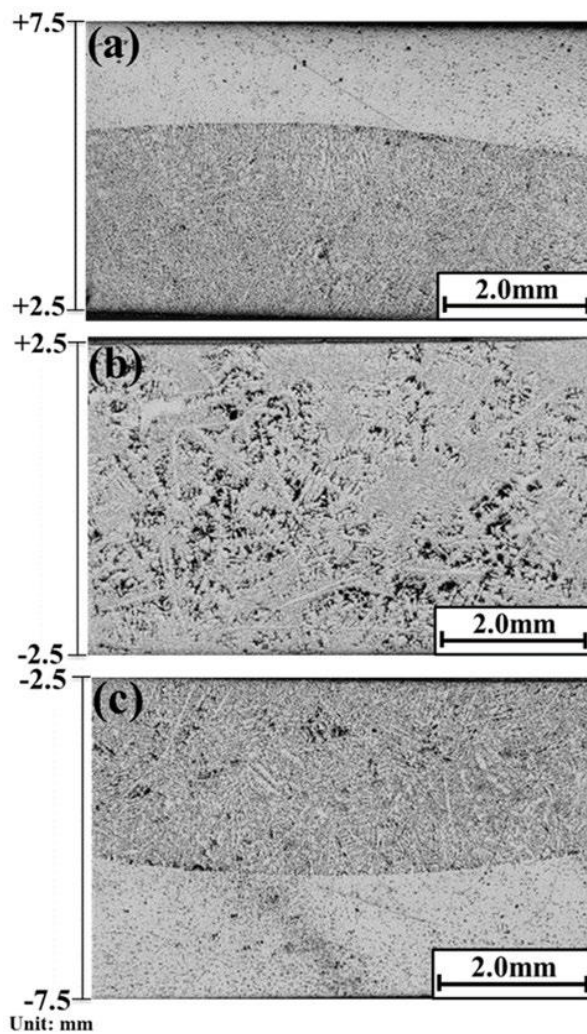


Fig. 3.7 Observation of the melting parts; (a) +2.5 ~ +7.5mm, (b) ±2.5mm, and (c) -7.5 ~ -2.5mm from the center of test piece.

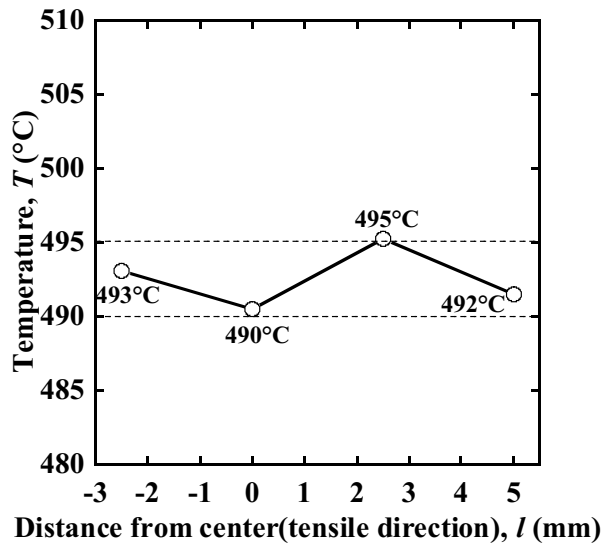


Fig. 8 Temperature distribution of longitudinal direction before tensile test.

3.3.2 真応力-真ひずみ曲線

Fig. 3.9(a)に試験片温度 460 °C, 冷却速度 1 K/s と 5 K/s の真応力-真ひずみ曲線を示す. 白抜きのプロットは最大真応力時のデータである. また Matsushita の手法で粘性特性を取得した範囲も示している. 最大真応力到達後, 応力はほとんど変化せずに流動状態で真ひずみが増加することが分かる. 冷却速度が増加しても, 流動応力はほぼ変化していない. しかしながら, 1 K/s においては太い矢印で示すように最大真応力前の応力の挙動が 5 K/s とは異なることが分かる.

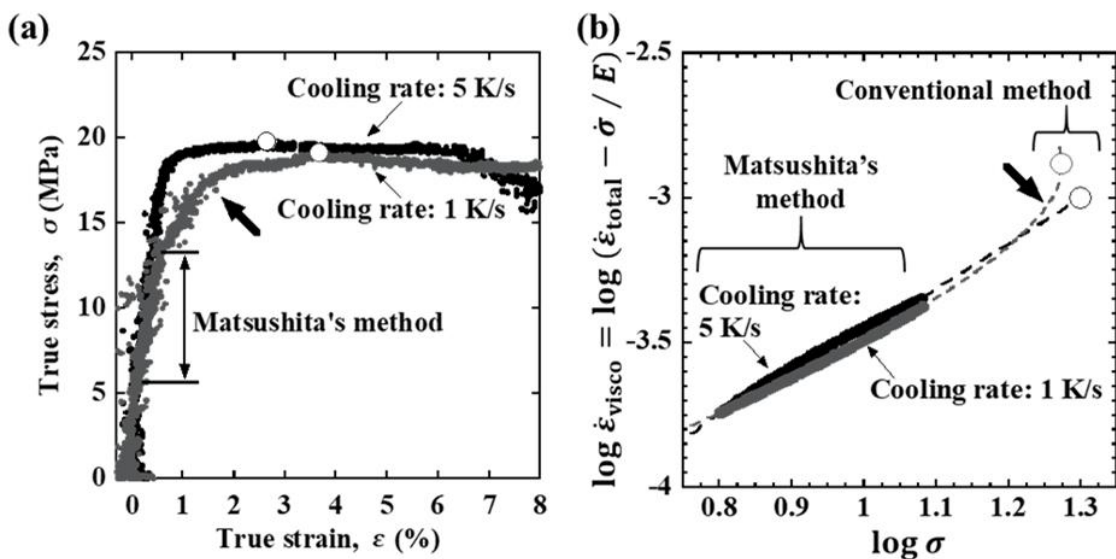


Fig. 3.9 (a) True stress-true strain curves and (b) relationship between common logarithmic true strain rate and common logarithmic true stress obtained at the two cooling rates. The test temperature is 460°C. Crosshead speed is 0.01mm/s.

3.3.3 粘性特性

Fig. 3.9(a)から得られる真応力と真ひずみ速度の両対数関係を **Fig.3.9(b)**に示す. 太線は Matsushita らの手法(図中に Matsushita's method と示す)の適用範囲, 白抜きのプロットはひずみ速度変量引張試験法(図中に Conventional method と示す)で使用する最大真応力時のプロットである. 太い矢印で示す箇所は **Fig. 3.9(a)**の太い矢印の箇所における真応力と真ひずみ速度の両対数関係である. **Fig. 3.10** に試験片温度 460 °C, 冷却速度 1 K/s および 5 K/s においてひずみ速度変量引張試験法で取得した最大真応力と最大真応力時の真ひずみ速度の両対数グラフを示す. 各冷却速度における n_{eff} 値の温度依存性を **Fig. 3.11(a)**, k 値の温度依存性を **Fig. 3.11(b)**に示す. 実験プロットを得るためには, ひずみの可視化範囲内に割れ位置が入る必要があるが, 引張温度条件と冷却速度条件によっては割れ発生位置が可視化範囲内に入らない場合がある. ひずみ速度変量引張試験法においては, 可視化範囲内に割れ位置が入りかつ, 最大真応力とその時の真ひずみ速度の関係を取得する必要がある. 本研究において, その取得条件を満たしたのは, 冷却速度 1 K/s において 430 °C と 460 °C であり, 冷却速度 5 K/s において 460 °C のみであった. Matsushita らの手法において, 可視化範囲内に割れ位置が入ったのは冷却速度 1 K/s において 430 °C, 460 °C, 490 °C, 520 °C であり, 冷却速度 5 K/s において 460 °C, 490 °C, 520 °C であった. **Fig. 3.11** より, Matsushita らの手法よりもひずみ速度変量引張試験法で取得した n_{eff} 値の方が大きい値を示し, k 値は小さい値を示すことが分かる. また冷却速度 5 K/s においては取得方法により n_{eff} 値, k 値にほとんど差は生じていない.

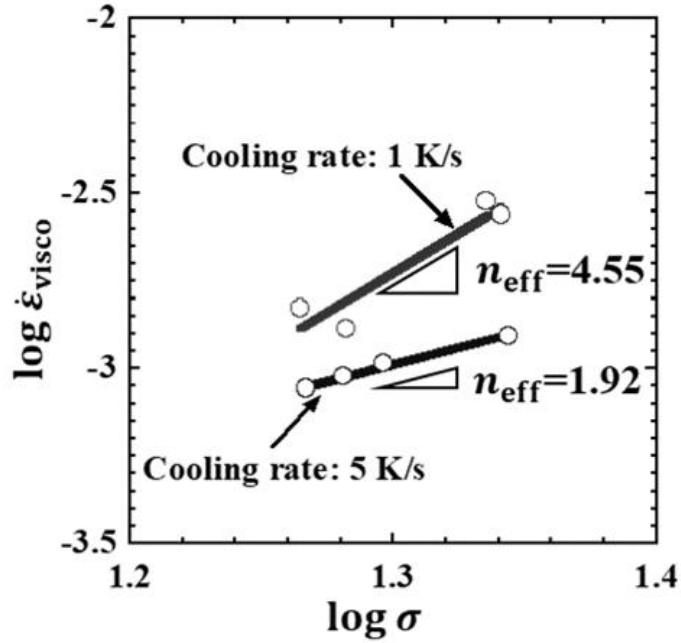


Fig. 3.10 Common logarithmic true strain rate vs. common logarithmic true stress at the two cooling rates calculated by using conventional method. The test temperature is 460°C.

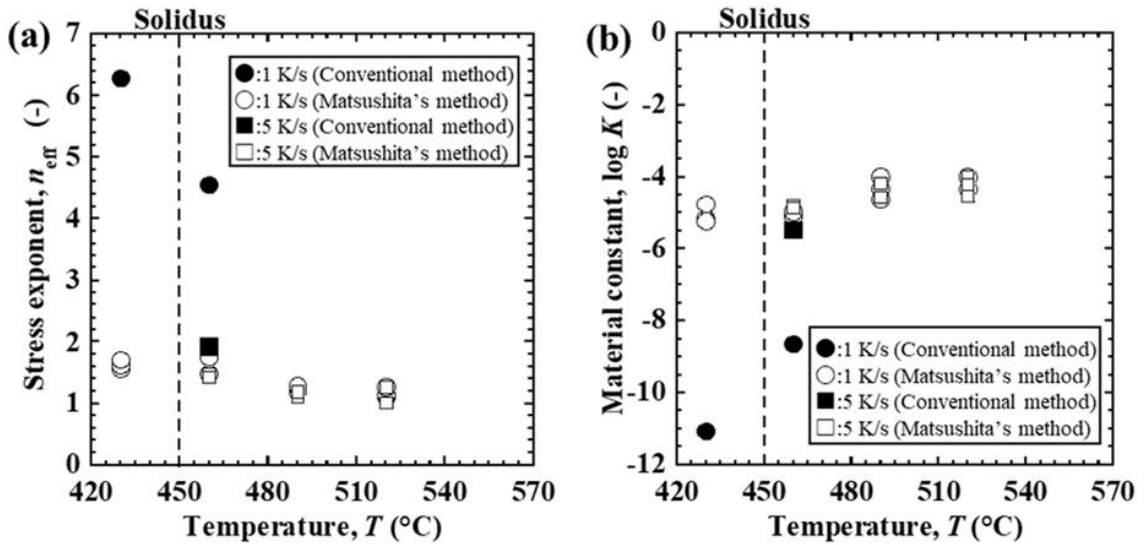


Fig. 3.11 Temperature dependent-viscous properties obtained at the two cooling rates. (a) is n_{eff} , (b) is $\log K$.

3.3.4 ひずみ取得部における組織観察結果

ひずみ取得部における組織観察結果を **Table 3.4** に示す. 冷却速度が 1 K/s から 5 K/s へ増加すると DAS II が小さくなるのが分かる. 一方で, 平均結晶粒径, Mg の濃度分布が 17 mass%以上の部分の面積率については冷却速度が 1 K/s から 5 K/s へ増加しても, 顕著な変化は生じていない.

Table 3.4 The result of metallographic observation.

Cooling rate, K/s	0.78	1	5
S-DAS, μm	-	46.3	26.3
Grain size, μm	-	602	673
Area ratio of Mg concentration distribution more than 17 mass%, %	0.36	0.49	0.44

3.4 考察

3.4.1 ひずみ速度変量引張試験法と Matsushita らの提案法で取得した粘性特性の比較

Fig. 3.11 より, 1 K/s においては Matsushita らの手法で取得した粘性特性とひずみ速度変量引張試験法で取得した粘性特性はそれぞれ異なることが分かる. 5 K/s においては取得方法によって粘性特性にほとんど差は見られない. **Fig. 3.9(b)**を見ると, 5 K/s では真応力と真ひずみ速度の両対数関係が最大真応力時まで直線関係であることが分かる. 一方, 1 K/s では最大真応力に達する前にそれらの関係が直線関係から上方向に乖離することが分かる. また, 太い矢印で示した箇所から真応力の増加に対する真ひずみ速度の増加率が大きくなる. **Fig. 3.9(a)**の太い矢印で示した箇所を見ると, 最大真応力に達する前の真応力は 5 K/s に比べて 1 K/s の方が小さい.

1 K/s においては最大真応力に達する前に試験片内部に空隙欠陥が発生するため, 真応力の低下および真ひずみ速度の増加が生じる可能性が考えられる. そこで試験片内部に発生する空隙欠陥について調査した. 冷却速度は 1 K/s と 5 K/s の 2 条件として, 半凝固引張試験の途中で引張を停止して除荷する試験を行った. 引張停止のタイミングは荷重が最大値に達した瞬間と最大値の 70%付近の 2 条件とした. 試験片の切断方法および観察方法は 3.2.3 節に示す方法と同様である. 切断面の観察結果を **Fig. 3.12** に示す. 図中の UTF(Ultimate tensile force)は最大引張荷重を示している. **Fig. 3.12**より, 1 K/s における UTF 付近の組織は, UTF の 70%付近の組織に比べて, 引張外力によりポロシティが多くなり, 一部ではポロシティ

同士が連結してクラックに成長している。それに対して 5 K/s では、引張荷重の増加によってポロシティが増大する様子は確認できない。

引張外力により生じるポロシティおよびクラックを損傷と呼ぶことにする。引張試験片に損傷が発生すると、Eq. (3.8)における弾性ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_{\text{elastic}}$ と粘性ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_{\text{visco}}$ は損傷の影響により増加する。各ひずみ速度成分において損傷の影響で増加したひずみ速度分を損傷ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_{\text{damage}}$ として集約させると、全ひずみ速度はマクスウェルモデルに従って下記のように記述される。

$$\dot{\epsilon}_{\text{total}} = \dot{\epsilon}_{\text{elastic}} + \dot{\epsilon}_{\text{visco}} + \dot{\epsilon}_{\text{damage}} \quad (3.11)$$

本研究における粘性特性は真応力と粘性ひずみ速度の両対数関係から取得している。Matsushita らの手法における粘性ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_{\text{visco}}$ は、Eq. (3.10)に示すように、全ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_{\text{total}}$ から弾性ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_{\text{elastic}}$ を差し引いたものと定義している。試験片内部に損傷が発生したときの見かけの粘性ひずみ速度 $\dot{\epsilon}'_{\text{visco}}$ を上記の定義に基づいて Eq. (3.10)および Eq. (3.11)より記述すると、

$$\dot{\epsilon}'_{\text{visco}} = \dot{\epsilon}_{\text{total}} - \dot{\epsilon}_{\text{elastic}} = \dot{\epsilon}_{\text{visco}} + \dot{\epsilon}_{\text{damage}} \quad (3.12)$$

となる。Eq. (3.12)より、損傷が発生すると粘性特性を取得するための粘性ひずみ速度が損傷ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_{\text{damage}}$ 分大きくなるのが分かる。そのため、最大真応力付近で損傷が発生した 1 K/s の真応力と真ひずみ速度の両対数関係は、Fig. 3.9(b)に示すように、粘性ひずみ速度が増加する方向に直線関係から乖離していくと考えられる。損傷が発生した時のひずみ速度変量引張試験法について考えると、Eq. (3.12)と同様に損傷ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_{\text{damage}}$ 分だけ増加している粘性ひずみ速度から粘性特性を取得していることになる。したがって、最大真応力付近で試験片内部に損傷が発生すると、ひずみ速度変量引張試験法の粘性特性は損傷していない応力範囲から取得する Matsushita らの手法の粘性特性よりも n_{eff} 値は大きく、 $\log k$ 値は小さくなると考えられる。本研究では、1 K/s において最大真応力付近で材料内部に損傷が発生したため、ひずみ速度変量引張試験法で得られた粘性特性の方が n_{eff} 値は大きく、 $\log k$ 値は小さくなると理解できる。なお、1 K/s と 5 K/s のポロシティ量がそれぞれ異なる原因については今後の検討課題である。

ひずみ速度変量引張試験法で Al-5mass%Mg 合金の粘性特性を取得している Takai ら[2]、広原ら[1]の従来報告を見ると、固相線付近における粘性特性は本研究で Matsushita らの手法で取得したものよりも n_{eff} 値は大きく、 k 値は小さいことが分かる。冷却速度等の条件が異なるため一概には言えないが、従来までに報告されたひずみ速度変量引張試験法による粘性

特性は損傷の影響を受けていた可能性が考えられる。熱応力解析で凝固割れ予測を行う際は、ポロシティ等の損傷の発生を前提とするか否かで、熱応力解析によって算出される応力やひずみに違いが生じる。例えば DC 鋳造の場合はズンプの静水圧によって固液共存域に損傷が発生しづらいため、Matsushita らの手法を適用することが望ましいと考えられる。一方で、DC 鋳造よりも相対的に最終凝固部の凝固収縮に対して溶湯が補給されにくい Shape Casting ではポロシティ等の損傷が発生する可能性が高い。材料内部の損傷が確認される場合にはひずみ速度変量引張試験法を使用することが望ましいと考えられる。精度の良い熱応力解析や凝固割れ予測を実現するために、上記のような粘性特性値取得方法への留意が必要である。

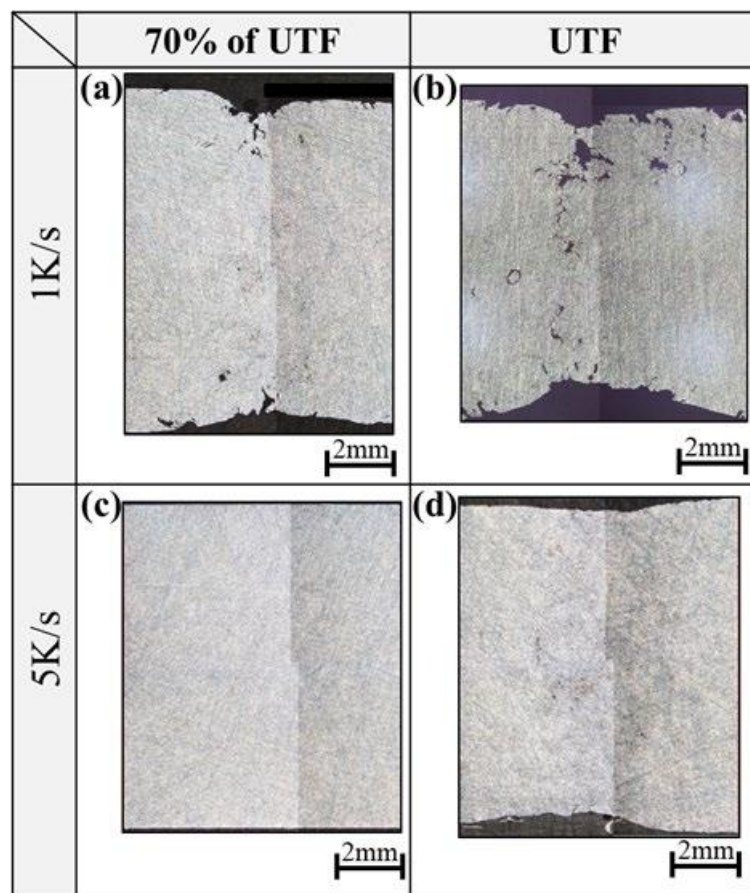


Fig. 3.12 Cross sections of longitudinal direction obtained at the two stress states. Cooling rate of (a) and (b) is 1 K/s, (c) and (d) is 5 K/s.

3.4.2 粘性特性の冷却速度依存性に関する考察

広原ら[1]によれば、半凝固状態における粘性特性が冷却速度によって変化する原因は、**Fig. 3.1** に示すように冷却速度によりマイクロ偏析が変化することで同一温度における固相率が変化するためであると報告されている。また、マイクロ偏析を考慮した Clyne-Kurz の固相率計算モデルを使用した半凝固状態の Al-5mass%Mg 合金の粘性特性を予測する手法も提案している。下記にその予測手法を示す。

$$n_{\text{eff}} = -1.17 \times 10^{-24} \exp(57.6 \times f_S) + 1 \quad (3.13)$$

$$\log K = -5.52 \times 10^{-27} \exp(63.2 \times f_S) - 2.23 \quad (3.14)$$

Eq. (3.13)および**Eq. (3.14)**は、広原らが基準冷却速度とした 0.46 K/s における粘性特性値の固相率依存性を指数回帰することで得られている。上記の式は、Al-5mass%Mg 合金の粘性特性の冷却速度依存性はマイクロ偏析を考慮した固相率を用いれば予測できることを表現している。本研究の冷却速度範囲(1 K/s~5 K/s)においても上記の粘性特性の冷却速度依存性が見られるか検証する。なお、広原らの粘性特性取得方法はひずみ速度変量引張試験法である。したがって、ひずみ速度変量引張試験法で取得した本研究の粘性特性と広原らのものを比較することとした。**Fig. 3.13** に広原らが取得した粘性特性値の固相率依存性と**Eq. (3.13)**および**Eq. (3.14)**の算出値、本研究のひずみ速度変量引張試験法で取得した粘性特性値を示す。**Fig. 3.13** より、1 K/s の粘性特性は**Eq. (3.13)**および**Eq. (3.14)**の算出値と概ね一致することが分かる。5 K/s の粘性特性についても**Eq. (3.13)**および**Eq. (3.14)**の算出値と概ね一致しているように見える。しかしながら 3.4.1 項で既述のように、ひずみ速度変量引張試験法で取得した 5 K/s の粘性特性は微視損傷の影響をほとんど受けていない。**Eq. (3.13)**および**Eq. (3.14)**は損傷の影響を含む可能性がある粘性特性から得られた関係式であることから、5 K/s の粘性特性が**Eq. (3.13)**および**Eq. (3.14)**の関係と一致するかの論理的妥当性は今後検討する。

広原らの報告に記載されている Al-5mass%Mg 合金の Mg 濃度分布測定結果を用いて、0.78 K/s において Mg が 17 mass%以上濃化している部分の面積率を測定した。測定方法は 3.2.6 項と同様である。測定結果を **Table 3.4** に示す。**Table 3.4** を見ると、1 K/s における Mg の濃化した面積率は 0.78 K/s の場合よりも多いことが分かる。冷却速度の増加にともないマイクロ偏析が促進しているため、広原らが提案した**Eq. (3.13)**および**Eq. (3.14)**の関係式で 1 K/s においても粘性特性を予測できるのだと考えられる。冷却速度 0.24K/s~1 K/s において、冷却速度によるマイクロ偏析の促進を考慮した固相率計算モデルを使用すればひずみ速度変量引張試験法で取得される粘性特性を予測できることが示唆される。

Fig. 3.11 を見ると, Matsushita らが提案した手法で実験的に取得した 1 K/s と 5 K/s の粘性特性値には冷却速度による差がほとんどないことが分かる. これは Table 3.4 に示すように, 本研究の冷却速度 1 K/s および 5 K/s で冷却速度が増加してもマイクロ偏析にほとんど変化が見られないためであると考えられる. 本研究の 1 K/s と 5 K/s でマイクロ偏析に変化が生じない原因として, 誘導加熱による溶湯の攪拌が考えられるが理由は明らかになっていない.

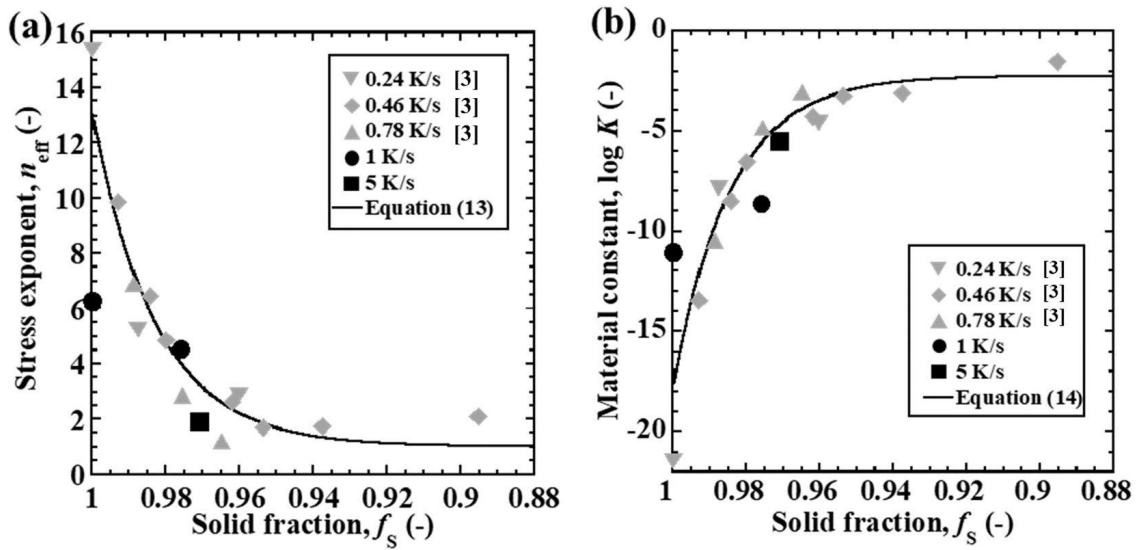


Fig. 3.13 Solid fraction dependent-viscous properties obtained at the two cooling rates: (a) n_{eff} value, (b) is $\log K$ value.

3.5 結言

半凝固状態の粘性特性の冷却速度依存性および微視損傷の影響を解明することを目的とした。Al-5mass%Mg 合金を供試材料として、冷却速度 1 K/s と 5 K/s の 2 条件における半凝固状態の引張試験を行った。従来までに報告された 2 種類の方法を用いて粘性特性をそれぞれ取得した。冷却速度および取得方法の変化が半凝固状態の Al-5mass%Mg 合金の粘性特性に及ぼす影響を下記にまとめる。

- (1) ひずみ速度変量引張試験法と Matsushita らの手法の 2 手法で 1 K/s と 5 K/s の粘性特性を取得してそれぞれの比較を行った。その結果、1 K/s では取得方法により粘性特性が異なり、5 K/s では取得方法による粘性特性の違いはほとんど見られなかった。1 K/s において手法により粘性特性が変化した理由は、最大真応力時の試験片内部に微視損傷が発生して真ひずみ速度を増加させたためであることが実験的に示された。熱応力解析の際に算出される応力とひずみに影響するため、解析対象の材料内部の損傷状態に留意して粘性特性の取得方法を決定する必要があることが示唆された。
- (2) 冷却速度が 1 K/s および 5 K/s の粘性特性を比較することで、粘性特性の冷却速度依存性を調査した。ひずみ速度変量引張試験法で取得した損傷の影響を含む粘性特性は、広原らの報告と同様に、マイクロ偏析を考慮した固相率で整理できることが確認された。一方で、Matsushita らが提案した手法で取得した損傷の影響がほとんどない粘性特性は冷却速度による差がほとんどなかった。これは 1 K/s と 5 K/s におけるマイクロ偏析の程度がほとんど等しく、固相率に差が生じなかったためだと考えられた。

参考文献

- [1] R. Hirohara, Y. Kawada, R. Takai, M. Otaki, T. Okane and M. Yoshida: Mater. Trans., 58 (2017), 1299-1307.
- [2] R. Takai, A. Matsushita, S. Yanagida, K. Nakamura and M. Yoshida: Mater. Trans., 56 (2015), 1233-1241.
- [3] 進士啓太, 高橋弘樹, 本山雄一, 吉田 誠 : 軽金属, 63 (2013) , 253-259.
- [4] A. Matsushita, R. Takai, H. Ezaki, T. Okane, M. Yoshida: Metall. Mater. Trans. A, 48A (2017), 1701-1707.
- [5] B. Magnin, L. Maenner, L. Katgerman, S. Engler: Mater. Sci. Forum 217-222 (1996) 1209-1214.
- [6] I. I. Novikov. Goryachelomkost tsvetnykh metallov i splavov (Hot shortness of non-ferrous metals and alloys). Moscow: Nauka; 1966 p. 299.
- [7] B. Forest and S. Bercovici: Proc. Conference on Solidification Technology in Foundry and Cast House. Coventry (UK): Univ. Warwick Metals Society 1983 p. 607.
- [8] M. G. Chu: Light Metals, ed. By W. Schneider (The Minerals, Metals & Materials Society), (2002), 899-907.
- [9] T. W. Clyne and W. Kurz: Metall. Trans. A: 12A (1981) 965-971.
- [10] H. Nagaumi, S. Suzuki, T. Okane and T. Umeda: Mater. Trans., 47 (2006), 2821-2827.
- [11] Binary Alloy Phase Diagrams, 1 (1986), ed. by T. B. Massalski, A.S.M. 129.

第4章 凝固過程における固相結合が半凝固状態における

アルミニウム合金の粘性特性に及ぼす影響

4.1 緒言

FEM を用いた熱応力解析による凝固割れ予測には半凝固状態における粘性特性 (Norton 則の m 値, k 値) が必要であるが, 合金系を超越した粘性特性の支配因子は明らかではない. 一方で, 半凝固状態における最大応力および伸び値は粒界における固相同士の結合に支配的であることが実験的に示唆されている[1]. また, Iwasaki ら[2]は, 1)液相が粒界全面を覆っている場合は合金の粘性変形メカニズムが液膜潤滑すべりとなり, 2)液相が不連続な場合は液膜潤すべりから高温固体の変形へと粘性変形メカニズムが遷移することを実験的に示唆している. m 値は変形メカニズムに対応した値を示すことは知られている. 以上のことから, 凝固過程における粘性特性の変化は固相結合率に支配される可能性が示唆されるが, 半凝固状態における粘性特性と固相結合率の関係については従来までに調査されてない.

そこで半凝固状態におけるアルミニウム合金の Norton 則における粘性特性に及ぼす固相結合率 f_{sc} の影響について調査する. 合金組成は Al-5mass%Mg 合金, Al-2mass%Cu 合金である. 半凝固状態の合金を引張試験可能な装置を用いて, 各合金組成の粘性特性 (Norton 則の m 値, k 値) を実験的に取得する. 本研究では粘性特性の支配因子として固相結合率に着目している. 2 合金の固相結合率を算出するために, 固相率 f_s の算出と二面角 θ の実験的測定を行う. $m = f(f_{sc})$ および $k = g(f_{sc})$ を調査することで, 半凝固状態における粘性特性の支配因子を明らかにする.

4.2 実験方法

4.2.1 供試材料

供試材料は JIS AC7A 合金を想定した Al-5mass%Mg 合金と Al-2mass%Cu 合金である. 各材料を黒鉛るつぼに入れ, アルゴンガス (濃度 99.999 %, 露点温度 -65 °C) 雰囲気中の電気炉内で 750 °C で加熱溶解した. 1 回の溶湯量は約 2.0 kg である. 脱ガス及び酸化物, 介在物を除去するために, Na フリーフラックスを溶湯重量の 0.2 % 添加した. その後, 脱ガスのためにアルゴンガスを 0.5 L/min の流量でムライト管から 5 分間溶湯に吹き込んだ. ドロスを除去した後, 各合金組成に対して Al-5mass%Ti-1mass%B 合金ワイヤーを添加することで, 等軸晶を

形成させた。各合金とも Ti は 0.05mass%, B は 0.01mass%の組成になるように調整した。合金組成を **Table 4.1** に示す。なお、上記の溶解処理により、引張試験後のいずれの破面にも铸造欠陥であるバイフィルム等の酸化物系介在物は観察されていない。

4.2.2 組織観察

組織観察に用いる試験片は、半凝固引張試験と同様の冷却条件で作製した。引張試験片の形状を **Fig. 4.1** に示す。各合金の結晶粒径および二面角は **Fig. 4.1** に示す試験片中心の断面 A-A'から測定した。

4.2.2.1 結晶粒径

断面 A-A'を鏡面研磨した後に 2% HBF₄ 水溶液で電解腐食した。腐食面を偏光観察して得られた顕微鏡写真から結晶粒径の測定を行った。結晶粒径の定量化には下記の算出式[3]を用いた。

$$\bar{d}_g = \sqrt{4A/N_g\pi} \quad (4.1)$$

\bar{d}_g は結晶粒径, A は \bar{d}_g を測定する代表面積, N_g は代表面積内に存在する結晶の総数である。

Table 4.1 Chemical compositions of alloys (mass%).

Alloy	Cu	Si	Mg	Zn	Fe	Mn	Ti	B	Al
Al-2mass%Cu	1.94	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.05	0.006	Bal.
Al-5mass%Mg	0.04	0.09	4.72	0.02	0.17	0.38	0.06	0.008	Bal.
Al-10mass%Mg	0.03	0.09	9.73	0.02	0.16	0.35	0.05	0.007	Bal.

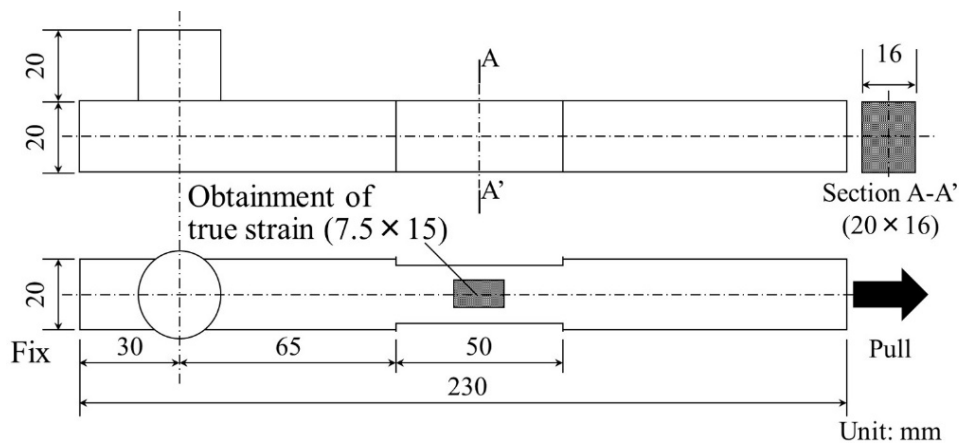


Fig. 4.1 Dimensions of the tensile test specimen

4.2.2.2 固/液界面の二面角

Fig. 4.2(a)に固/液界面の二面角の模式図を示す。固/液界面の二面角は結晶粒界の三重点に存在する液相が成す角度と定義した。二面角の測定方法は、Nakata ら[4]および Takai ら[1]と同様に、凝固完了後の結晶粒界に形成された共晶生成物の角度を測定する方法を採用した。**Fig. 4.2(b)**に二面角の測定方法の模式図を示す。共晶生成物を観察するために、断面A-A'を鏡面研磨し、5%NaOH 水溶液で化学腐食した。腐食後の試料を光学顕微鏡で観察することで、共晶生成物の組織写真を取得した。画像解析ソフト(Image-Pro Premier J 9.2: Media Cybernetics)を用いて、取得した組織写真に対して初晶 α 相と粒界三重点に存在する共晶生成物の界面に外接円を描画する。そして、**Fig. 4.2(b)**に示すように、交点“o”で各外接円の接線を引く。その接線の傾きを用いて、下記の式により二面角を算出した。

$$\{\theta \leq 90^\circ\} \quad \theta = \arctan \left| \frac{a_1 - a_2}{1 + a_1 a_2} \right| \cdot \frac{180}{\pi} \quad (4.2)$$

$$\{\theta > 90^\circ\} \quad \theta = 180 - \arctan \left| \frac{a_1 - a_2}{1 + a_1 a_2} \right| \cdot \frac{180}{\pi} \quad (4.3)$$

a_1, a_2 はそれぞれ接線 l_1, l_2 の傾きである。本手法は、本来ならば3次元である二面角を2次元断面で評価する方法である。観察するスライス面によって二面角は異なってくる。そこで各合金に対して二面角を100箇所測定して累積分布曲線を取得し、その中央値(累積率50%)に相当する角度を二面角の代表値とした[1,4]。Al-5mass%Mg合金は共晶生成物量が少なく二面角の測定が困難であった。Williams ら[5]は、Al-Sn合金のSn濃度に対する二面角の変化率は約0.18 %wt.%であると報告している。これに基づき本研究では、Al-Mg合金の二面角はMg含有量が数%変化するだけでは変化しないと仮定した。従来報告[1]と同様に、Al-5mass%Mg合金の二面角はAl-10mass%Mg合金から取得した。組成は**Table 4.1**に示す。

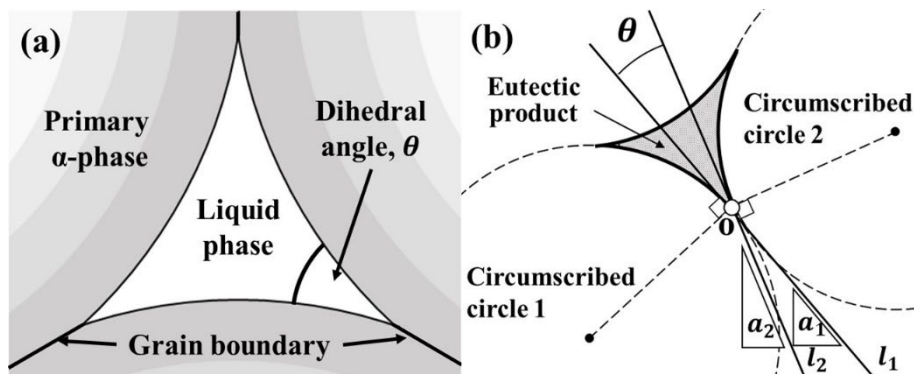


Fig. 4.2 Schematic diagram of (a) dihedral angle at the solid/liquid interface and (b) measurement method of the dihedral angle

4.2.3 固相率の算出方法

Al-5mass%Mg 合金の固相率計算には、従来報告[1,6]と同様に、マイクロ偏析により液相に濃化した主要溶質元素の固相内拡散を考慮した Clyne-Kurz モデル[7]を用いた。

$$f_s = \left(\frac{1}{1 - 2\Omega k_0} \right) \left\{ 1 - \left(\frac{T_m - T}{T_m - T_1} \right)^{(1-2\Omega k_0)/(k_0-1)} \right\} \quad (4.4)$$

$$\Omega = \alpha \left[1 - \exp\left(-\frac{1}{\alpha}\right) \right] - \frac{1}{2} \exp\left(-\frac{1}{2\alpha}\right) \quad (4.5)$$

$$\alpha = \frac{4D_s t_f}{\lambda_2^2} \quad (4.6)$$

T_m , T_1 , k_0 はそれぞれ、純アルミニウムの融点、合金の液相線温度、平衡分配係数である。これらの値は 2 元系 Al-Mg 合金, Al-Cu 合金の平衡状態図から決定した。 t_f , λ はそれぞれ、凝固時間、デンドライト二次枝間隔である。 Al-5mass%Mg 合金については、これらの値を実験的に取得した。 Al-2mass%Cu 合金については、 Takai らの報告[1]を参考に Scheil-Gulliver モデル (Eqs.(4.4)~(4.6)中の $\Omega = 0$)を用いて固相率を算出した。 D_s は代表的な温度における純アルミニウム中の溶質元素の拡散係数である。この代表温度は、以前の報告[1]と同様に、以下の式で算出した。

$$T_{\text{rep}} = (T_1 - T_e)0.3 + T_e \quad (4.7)$$

T_e は合金の共晶温度である。 Eq. (4.7)の計算結果と Fujikawa ら[8]が取得した拡散係数と温度の関係から Al-5mass%Mg 合金の D_s を決定した。各合金の固相率を算出するために用いたパラメータを Table 4.2 にまとめる。

Table 4.2 A summary of parameters used in this study to calculate the solid fraction and solid cohesion

Alloy	Solid fraction in Eqs. (10)-(12)							Solid cohesion in Eqs. (14)-(16)				
	T_m (°C)	T_1 (°C)	T_e (°C)	k_0 (-)	D_s ($\mu\text{m}^2/\text{s}$)	t_f (s)	λ_2 (μm)	θ (°)	$f_{s \text{eut.st}}$ (-)	$f_{s \text{eut.com}}$ (-)	$f_{sc \text{eut.st}}$ (-)	$f_{sc \text{eut.com}}$ (-)
Al-2mass%Cu	660	655	548	0.15	-	-	-	12.5	0.97	1.0	0.55	1.0
Al-5mass%Mg	660	635	450	0.35	0.1	267	44	39.0	0.99	1.0	0.86	1.0

4.2.4 固相結合率の算出方法

Campbell の理論モデル[9]を下記に示す.

$$f_{sc} = 1 - f_{LGB} = 1 - 2.64 \left(\frac{1 - f_s}{k} \right)^{0.5} \quad (4.7)$$

$$k = \sqrt{3} + \frac{3}{\tan(30 - \theta/2)} - \left(\frac{30 - \theta/2}{60} \right) \frac{\pi}{\sin^2(30 - \theta/2)} \quad (4.8)$$

上記の式から明らかなように、固相結合率 f_{sc} は、**Eqs. (4.7), (4.8)** に二面角 θ と固相率 f_s を代入することで決定される。ただし、上記のモデルは液相から初晶 α 相への相変態においてのみ適用できる。すなわち、共晶凝固域における固相結合率の変化は理論的に決定することができない。そこで本研究では、共晶凝固による固相結合率の増加を、**Eq. (4.9)** に示すように、共晶凝固前と共晶凝固後の固相率と固相結合率の関係を線形補間することで決定した。

$$f_{sc} = \frac{f_{sc|eut.com} - f_{sc|eut.st}}{f_{s|eut.com} - f_{s|eut.st}} (f_s - f_{s|eut.st}) + f_{sc|eut.st} \quad (4.9)$$

$f_{s|eut.st}$ と $f_{sc|eut.st}$ は共晶凝固前の固相率および固相結合率、 $f_{s|eut.com}$ と $f_{sc|eut.com}$ は共晶凝固後の固相率および固相結合率である。 $f_{s|eut.st}$ および $f_{s|eut.com}$ は **Eqs. (4.4)~(4.6)** により算出される固相率の温度依存性から得られる。 $f_{s|eut.st}$ および $f_{s|eut.com}$ は **Eqs. (4.7), (4.8)** の算出結果から得られる。各組成の固相結合率算出に用いたパラメータは **Table 4.2** に示している。

4.2.5 半凝固状態における力学特性の取得方法

半凝固状態における粘性特性 (m, k) を取得するため、半凝固引張試験により真応力-真歪曲線を取得した(**4.2.5.1 項**)。Matsushita ら[10]が提唱した粘性特性取得手法を使用して、真応力-真歪曲線から粘性特性を取得した(**4.2.5.2 項**)。

4.2.5.1 半凝固引張試験装置

半凝固状態の真応力-真ひずみ曲線を取得可能な引張試験装置 (**Fig. 4.3**) を用いた。引張試験の手順を下記に示す。

- 1) キャビティに溶湯を注ぎ、試験片を凝固させる。
- 2) 試験片の温度が引張試験温度に達したら、試験片を電動サーボシリンダにより引張る。引張荷重はロードセルにより連続的に測定されている。
- 3) 引張開始と同時に、高速度ビデオカメラを用いて引張変形の様子を撮影する。引張変形は **Fig. 3.1** に示す箇所 (7.5 mm × 15 mm) で観察されている。引張変形の撮影は引張荷

重と同期測定されている。

引張変形中の試験片表面にはデンドライトが観察される。破断部を挟むように 2 つのデンドライトをマーカーとして選び、その 2 点の変位を真ひずみの算出に用いた。試験片の引張変形は体積一定則に従うと仮定して、真応力と真ひずみは下記の式より算出した[1,3,6,10].

$$\sigma_{\text{true}} = \frac{F}{A_0} (1 + \varepsilon_{\text{nominal}}) \quad (4.10)$$

$$\varepsilon_{\text{true}} = \ln(1 + \varepsilon_{\text{nominal}}) \quad (4.11)$$

$$\varepsilon_{\text{nominal}} = \frac{l - l_0}{l_0} \quad (4.12)$$

ここで、 σ_{true} は真応力、 $\varepsilon_{\text{true}}$ は真歪、 $\varepsilon_{\text{nominal}}$ は公称歪、 F は荷重、 A_0 は試験片の初期断面積、 l はマーカーとして選択した 2 つのデンドライトヘッド間のゲージ長さ、 l_0 は l の初期ゲージ長さ (5 mm) である。本研究における引張試験は固相線温度以上の半凝固状態と固相線温度直下の固体状態で行った。

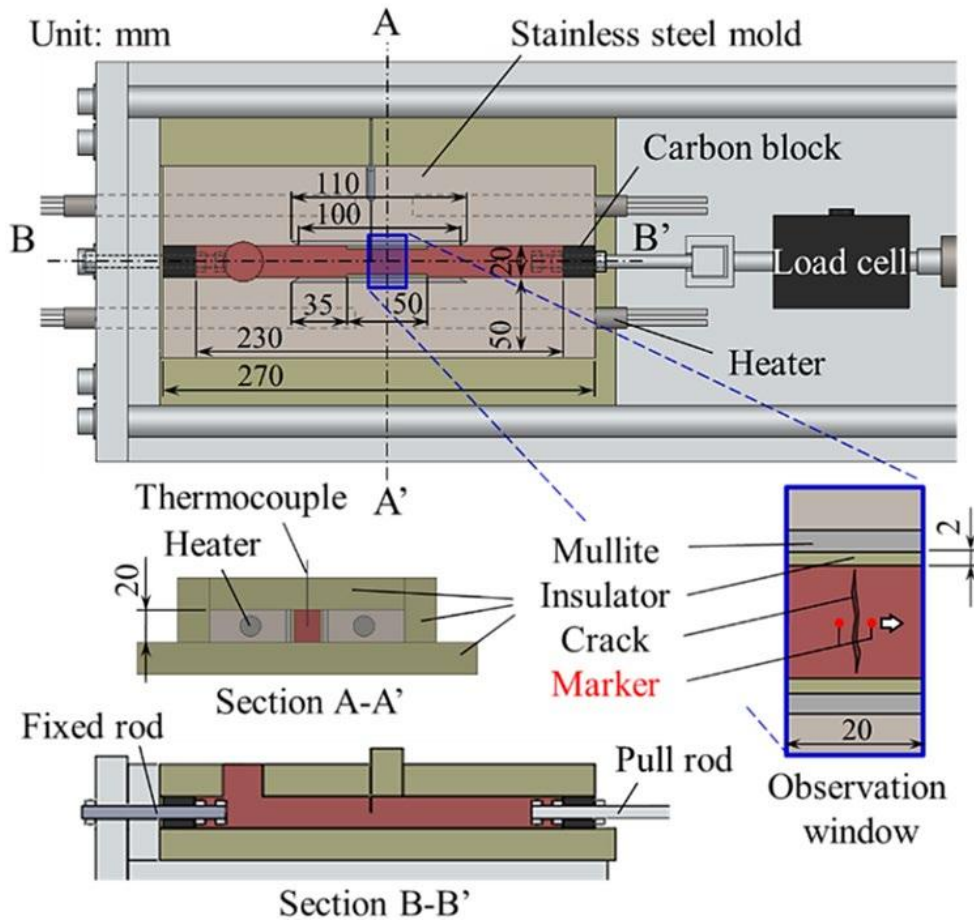


Fig. 4.3 Dimensions in-house developed tensile test device [3].

4.2.5.2 粘性特性取得方法

従来報告[3,6]では、真応力-真ひずみ曲線の最大真応力とその最大真応力時の真ひずみ速度の関係を下記の Norton 則で回帰分析することで半凝固状態の粘性特性が決定されている。

$$\dot{\epsilon}_{\text{visco}} = k \cdot \sigma^{n_{\text{eff}}(=1/m)} = A \cdot \sigma^{1/m} \cdot \exp\left(-\frac{Q}{R \cdot T_{\text{abs}}}\right) \quad (4.13)$$

しかしながら、第 3 章で示したように、最大応力時の試験片には微視損傷が発生しやすく、それにより真歪速度が増加することで粘性特性に影響を及ぼすことが実験的に示された[11]。損傷が粘性特性に及ぼす影響を排除するために、本研究では Matsushita らが提唱した方法(以下、Matsushita's method と称す)[10]を用いて粘性特性を取得した。半凝固状態における合金には加工硬化に寄与する塑性歪がないと仮定すると、全ひずみはマクスウェル粘弾性体モデルによって Eq. (4.14)のように表現される。また、マクスウェルモデルを構成するフックの法則についても下記に記す。

$$\epsilon_{\text{total}} = \epsilon_{\text{elastic}} + \epsilon_{\text{visco}} \quad (4.14)$$

$$\epsilon_{\text{elastic}} = \sigma_{\text{true}}/E \quad (4.15)$$

ここで ϵ_{total} は全ひずみ、 $\epsilon_{\text{elastic}}$ は弾性ひずみ、 ϵ_{visco} は粘性ひずみ、 E はヤング率である。Eq. (4.13)に示す Norton 則と Eqs. (4.14), (4.15)を変形することで Eq. (4.16)が得られる。

$$\ln \dot{\epsilon}_{\text{visco}} = \ln(\dot{\epsilon}_{\text{total}} - \dot{\sigma}_{\text{true}}/E) = n_{\text{eff}} \cdot \ln \sigma_{\text{true}} + \ln k \quad (4.16)$$

$\dot{\epsilon}_{\text{visco}}$ 、 $\dot{\epsilon}_{\text{total}}$ 、 $\dot{\sigma}_{\text{true}}$ はそれぞれ粘性ひずみ速度、全ひずみ速度、応力速度である。半凝固状態の合金の力学挙動が Eqs. (4.13)~(4.15)を満たすとき、応力と粘性ひずみ速度の両対数関係が直線になる。Eq. (4.16)に示すように m 値 ($=1/n_{\text{eff}}$)と $\ln k$ 値はそれぞれ直線関係の傾きと切片 ($\ln \sigma = 0$)から決定することができる。本研究における粘性特性を取得する際の粘性歪速度は $10^{-3.5} \sim 10^{-2}$ /s の範囲である。ヤング率の温度依存性は熱力学計算ソフトウェア (JMatPro-v11.1: ThermoTech, Ltd.)で算出した。

4.3 実験結果

4.3.1 結晶粒径および二面角の測定結果

結晶粒径は Al-5mass%Mg 合金では 122 μm , Al-2mass%Cu 合金では 149 μm であり, 等軸晶であることは確認された. この粒径差は粘性特性に顕著な影響を及ぼさないと考えられる.

Figs. 4.4(a), (b)に共晶生成物を光学顕微鏡により観察した結果の例を示す. 共晶生成物より二面角を測定した結果, **Fig. 4.4(c)**に示すような累積分布曲線が得られた. Al-10mass%Mg 合金と Al-2mass%Cu 合金の二面角の代表値はそれぞれ 39.0°と 12.5°であった. Nakataらの報告[4]によれば, Al-2.5mass%Mg 合金 (ASTM A5052) の二面角は 39.5°である. Al-10mass%Mg 合金の測定角度は Al-2.5mass%Mg 合金 (ASTM A5052) の測定角度とほぼ一致することが確認された. Al-5mass%Mg 合金の Mg 含有量は 2.5mass%Mg から 10mass%Mg の間であることから, Al-5mass%Mg 合金の二面角を Al-10mass%Mg 合金から求めた 39.0° と定義することは合理的である. 本研究で測定した Al-2mass%Cu 合金の角度は Nakata ら[4]が測定した Al-3.9mass%Cu 合金の角度 10.5° とほぼ一致した.

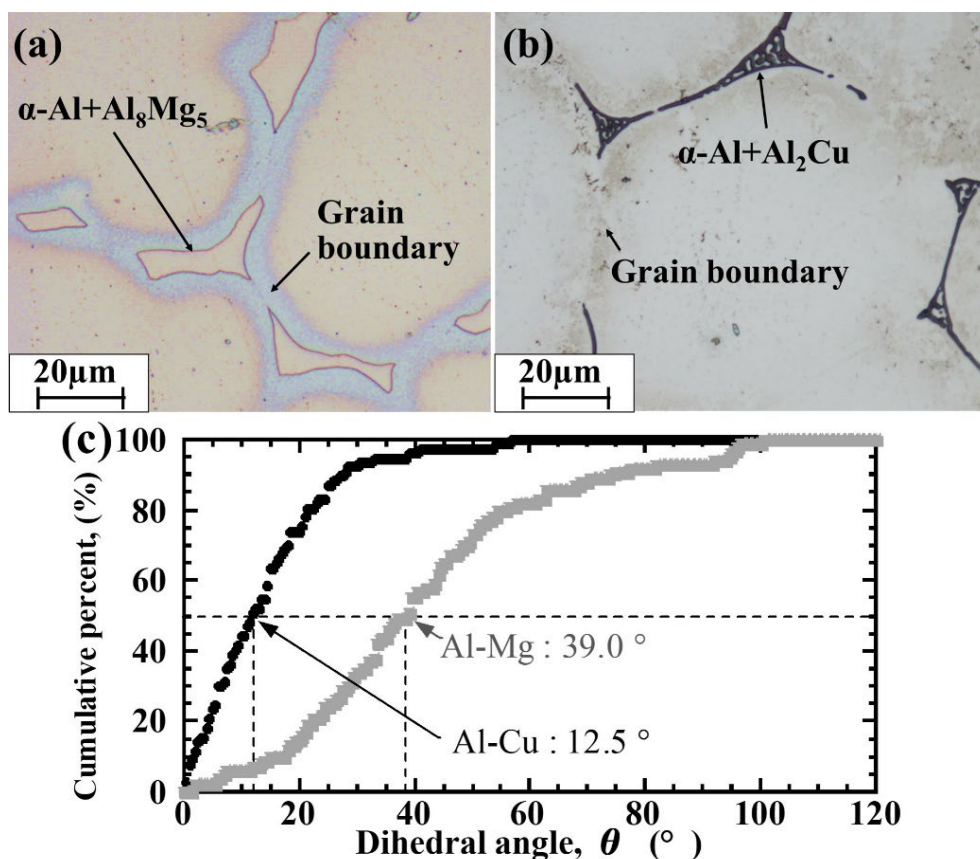


Fig. 4.4 Solidification microstructures of (a) Al-10mass%Mg alloy and (b) Al-2mass%Cu alloy, and (c) cumulative curve of observed dihedral angles for the two alloys

4.3.2 固相率および固相結合率の温度依存性

Figs. 4.5(a), (b)に Al-5mass%Mg 合金と Al-2mass%Cu 合金の固相率および固相結合率の温度依存性を示す. 固相結合率が 0 の場合 ($f_{sc} = 0$) は初晶 α 相同士の直接接触がなく粒界全面に液相が液膜状に存在していることを示し, 固相結合率が 1 の場合 ($f_{sc} = 1$) は初晶 α 相および共晶相を含むすべての固相同士の結合が完了した状態を示す. **Figs. 4.5(a), (b)**より, Al-5mass%Mg 合金および Al-2mass%Cu 合金の $f_{sc} = 0$ における温度(固相率)はそれぞれ, $T = 598\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($f_s = 0.80$) と $T = 630\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($f_s = 0.87$) であることがわかる. また **Figs. 4.5(a), (b)**より, 無変系共晶反応が Al-5mass%Mg 合金では $T = 450\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($0.99 \leq f_s \leq 1.0$), Al-2mass%Cu 合金では $T = 548\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($0.97 \leq f_s \leq 1.0$) で生じることがわかる. 上記の共晶凝固域における固相結合率は **Eq. (4.9)**にしたがって算出されており, Al-5mass%Mg 合金では 0.85 から 1.0 に, Al-2mass%Cu 合金では 0.55 から 1.0 に増加する結果を示した.

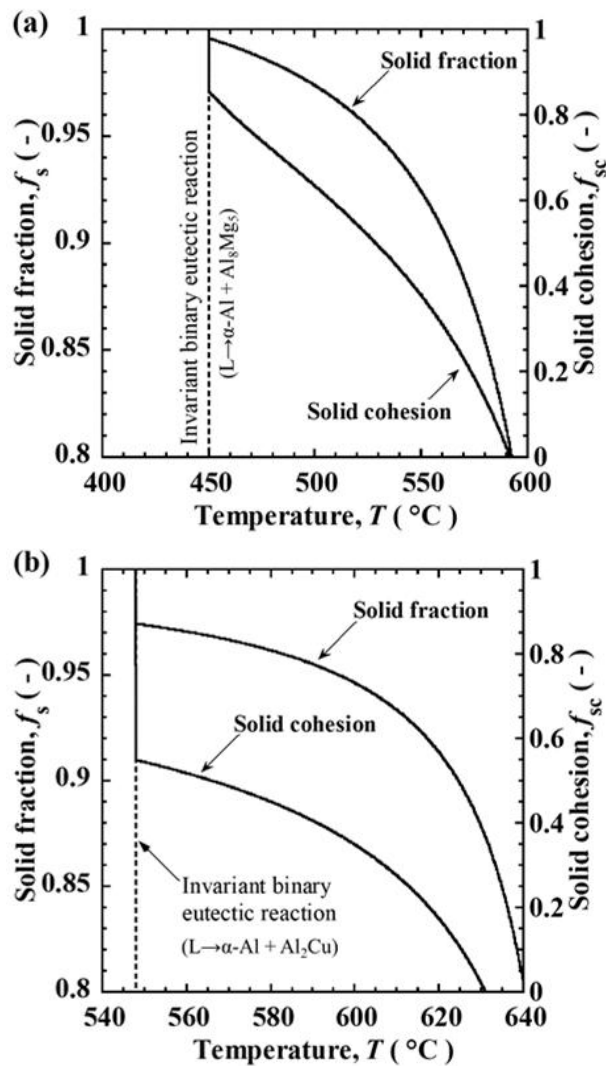


Fig. 4.5 Temperature dependence of solid fraction and solid cohesion

for (a) Al-5mass%Mg and (b) Al-2mass%Cu alloys.

4.3.3 引張試験結果

Al-5mass%Mg 合金の真応力-真歪曲線の一例を **Fig. 4.6(a)**に示す. 太線は Matsushita's method の適用範囲, 白抜きのプロットは最大真応力時のプロットである. **Fig. 4.6(a)**に示す Matsushita's method の適用範囲における真応力と粘性ひずみ速度の両対数関係を **Fig. 4.6(b)**に示す. **Fig. 4.6(b)**に示すように, Matsushita's method の適用範囲の始点から終点にむかい試験片の温度が低下することが分かる. その温度差の平均値は Al-5mass%Mg 合金では 1.5 °C, Al-2mass%Cu 合金では 0.9 °C であった. 固相率および固相結合率の変化量, Δf_s , Δf_{sc} に変換すると, Al-5mass%Mg 合金では $\Delta f_s = 0.33\%$, $\Delta f_{sc} = 1.2\%$, Al-2mass%Cu 合金では $\Delta f_s < 0.01\%$, $\Delta f_{sc} = 0.16\%$ である. そのため, 本研究で取得した粘性特性は上記の温度および固相率, 固相結合率の影響を平均した特性である. Matsushita's method で取得した粘性特性に対応する温度は **Fig. 4.6(b)**に示すように取得範囲の始点と終点における温度の平均温度とした.

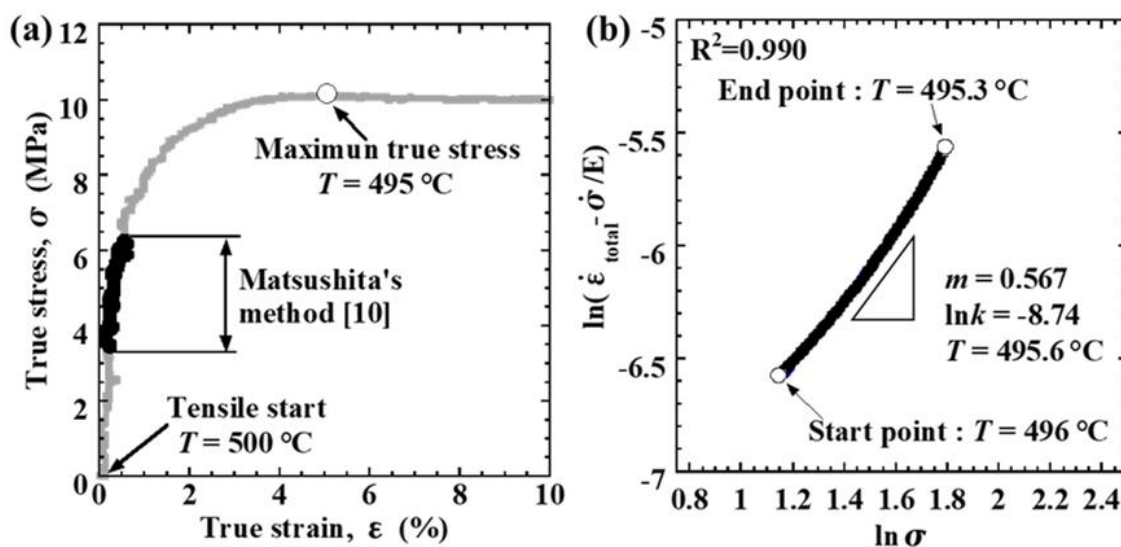


Fig. 4.6 An example of the tensile test results for the Al-5mass%Mg alloy: (a) true stress-true strain curve, (b) relationship between $\ln(\dot{\epsilon}_{total} - \dot{\sigma}/E)$ and $\ln \sigma$.

4.3.4 粘性特性の固相率依存性

Fig. 4.7(a)に m 値の固相率依存性を示す。Fig. 4.7(a)を見ると、低固相率において 2 合金の m 値は 1 に近づくことが分かる。しかしながら、その固相率は合金組成により異なり、Al-5mass%Mg 合金では $f_s = 0.84$ 、Al-2mass%Cu 合金では $f_s = 0.87$ である。2 合金ともに固相率の増加にともなって m 値が減少することが分かる。しかしながら、 m 値の減少挙動は合金組成により異なる。Al-2mass%Cu 合金では固相率が 0.97 以上において粘性特性がほとんど変化しないことが分かる。

Fig. 4.7(b)に $\ln k$ 値の固相率依存性を示す。 $m=1$ を示した固相率付近で 2 合金の $\ln k$ 値はほとんど等しいことが分かる。2 合金の $\ln k$ 値は固相率の増加にともない減少する。しかしながら、固相率の増加に対する $\ln k$ 値の減少挙動は合金組成により異なる。

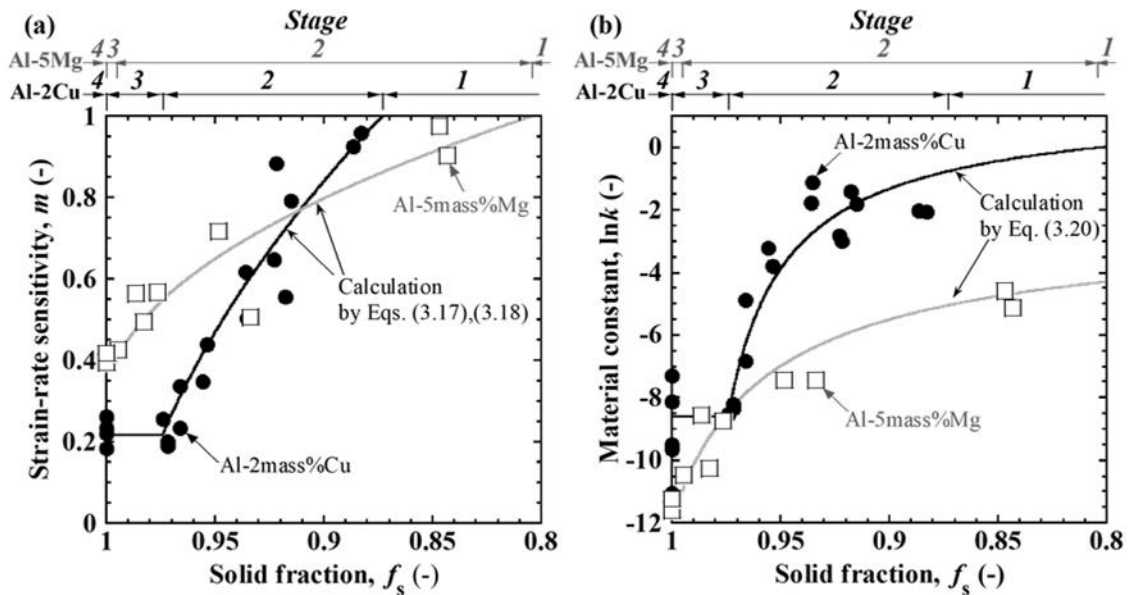


Fig. 4.7 Solid fraction dependence of the viscous properties for the two alloys:
(a) m -value, (b) $\ln k$ -value.

4.3.5 粘性特性の固相結合率依存性

Fig. 4.8(a)に m 値の固相結合率依存性を示す. 初晶 α 相の結合前を示す $f_{sc}=0$ において2合金の m 値は1を示すことが分かる. 固相結合の開始から結合完了前までの領域においては, 2合金とも固相結合率の増加に比例して m 値が減少する領域が存在することがわかる; Al-5mass%Mg合金では $0 < f_{sc} < 0.85$, Al-2mass%Cu合金では $0 < f_{sc} < 0.55$. 一方で, その後は固相結合率の増加に依らず m 値はほとんど変化しない; Al-5mass%Mg合金では $0.85 \leq f_{sc} < 1$, Al-2mass%Cu合金では $0.55 \leq f_{sc} < 1$. また, $f_{sc} = 1$ における2合金の m 値を比較すると, Al-5mass%Mg合金の方がAl-2mass%Cu合金よりも m 値が高い.

Fig. 4.8(b)に $\ln k$ 値の固相結合率依存性を示す. 両合金ともに $f_{sc} = 0$ における $\ln k$ 値はおおよそ等しいことが分かる. Al-5mass%Mg合金とAl-2mass%Cu合金の $\ln k$ 値は, それぞれ $0 < f_{sc} < 0.85$, $0 < f_{sc} < 0.55$ において, 固相結合率の増加にともなって減少した. 一方, Al-5mass%Mg合金では $0.85 \leq f_{sc} < 1$, Al-2mass%Cu合金では $0.55 \leq f_{sc} < 1$ の範囲で $\ln k$ 値は変化せず, 同領域における m 値と同様な挙動を示した.

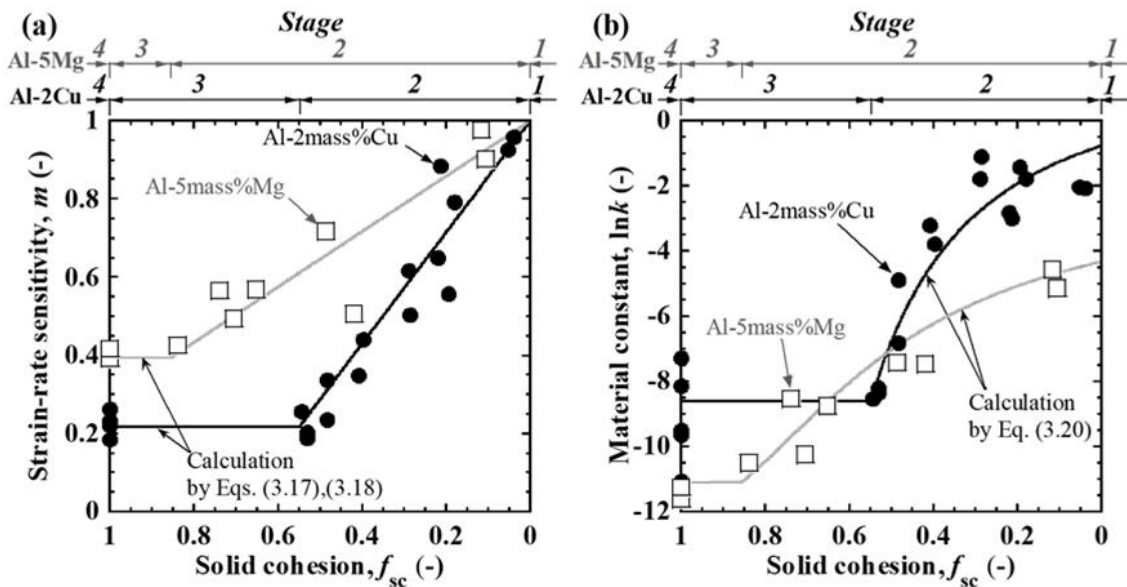


Fig. 4.8 Solid cohesion dependence of the viscous properties for the two alloys: (a) m -value, (b) $\ln k$ -value.

4.4 考察

4.4.1 半凝固状態における m 値の支配因子

二元系 Al- X 合金 (X は溶質元素, X の濃度は亜共晶組成範囲内) の半凝固状態における組織形態の変化は, 凝固進行と固相结合の観点から, 下記 4 つの段階に区分できる. 凝固過程と組織形態の関係を示す模式図を **Figs. 4.9(a)~(c)** に描画する. *Stage 1* は, **Fig. 4.9(a)** に示すように初晶 α 相同士の直接接触がなく粒界に連続した液相が存在する段階 ($f_{sc} = 0$) である. その後, **Fig. 4.9(b)** に示すように初晶 α 相同士が結合して凝固の進行にともないその結合率が増加する. この段階を *Stage 2* と定義する ($0 < f_{sc} < f_{sc|eut.st}$). 凝固末期に共晶凝固する合金の場合は, **Fig. 4.9(c)** のように初晶 α 相同士の結合は増加せず共晶凝固により固相结合率が増加する. この段階を *Stage 3* と定義する ($f_{sc|eut.st} \leq f_{sc} < 1$). 最後に固相線直下の凝固が完了した状態を *Stage 4* を定義した ($f_{sc} = 1$). 上記 4 つの *Stage* を **Fig. 4.7** および **Fig. 4.8** に示す. 半凝固状態における m 値の支配因子に関して上記 4 つの *Stage* に分けて考察する.

【*Stage 1*: 初晶 α 相同士の結合が開始する前の段階】

Iwasaki ら[2]は半溶融状態における Al-5mass%Mg 合金の粘性特性をせん断試験により取得している. その結果, 連続した液相が粒界に存在する場合は液膜潤滑すべりのような変形機構が生じるため m 値が 1 になることを実験的に示唆した. **Fig. 4.6(a)** および **Fig. 4.7(a)** の *Stage 1* における m 値を見ると, 半凝固状態においても初晶 α 相同士の結合が開始する直前における 2 合金の m 値は 1 を示すことが分かる. 固液共存状態における引張強度に関して, 強度発生温度 (ZST: Zero strength temperature) は固相同士が結合を開始する温度に一致す

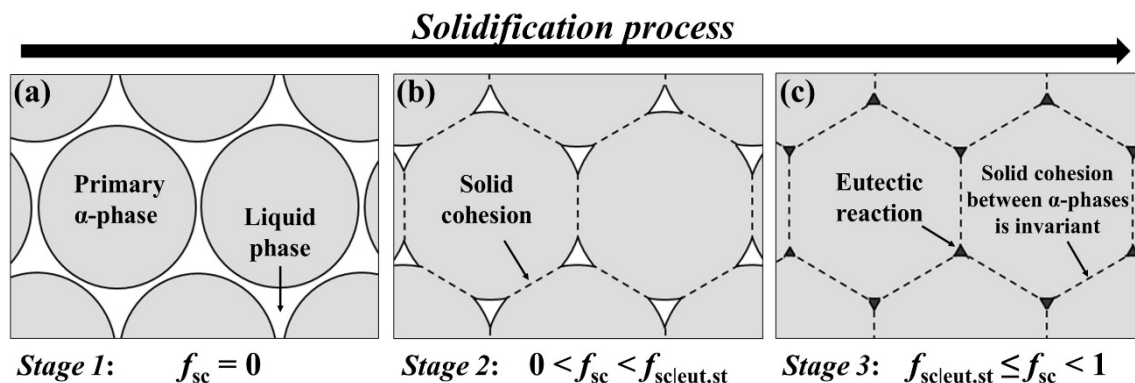


Fig. 4.9 Schematic diagrams showing morphological changes in the alloy during the solidification process

ることは従来までに知られている。Takai らの従来研究[1]により、半凝固状態における Al-5mass%Mg 合金と Al-2mass%Cu 合金の引張強度は $f_{sc} > 0$ から発生することが実験的に示唆されている。Fig. 4.10 に本研究で取得した 2 合金の最大真応力と固相结合率の関係を示す。最大真応力を引張強度と定義すると、Takai らの報告[1]と同様に $f_{sc} = 0$ において強度が発生していないことが確認される。Stage 1 における m 値の挙動をまとめると、半溶融状態だけでなく casting と同じ温度履歴である半凝固状態においても、固相同士の直接接触がなく連続的に液相が粒界に存在する時には、変形機構が液膜潤滑滑りであるために、合金の引張強度は発生せず m 値は $m = 1$ を示すことが示唆された。固相结合率を指標とすれば、合金組成に依らず、 $f_{sc} = 0$ における m 値は $m = 1$ になることが示唆された。

【Stage 2: 初晶 α 相同士の結合が増加する段階】

Iwasaki らの報告[2]によれば、半溶融状態における液相が粒界に不連続に存在する場合には、変形機構が液膜潤滑すべりから高温固体状態の変形へ遷移するため、温度低下にともなって m 値が小さくなると示唆している。この液相が不連続に存在する状態は、本研究で定義した Stage 2 に対応する。Fig. 4.7(a) および Fig. 4.8(a) の Stage 2 における m 値を見ると、本研究

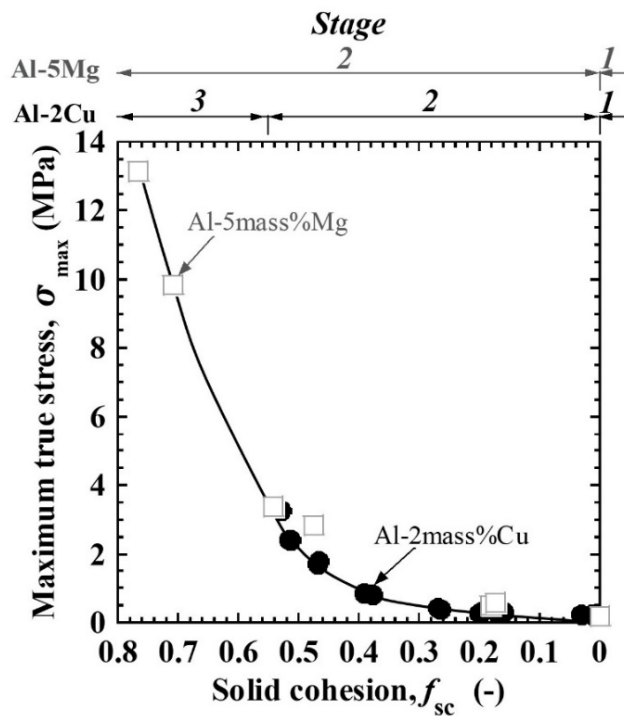


Fig. 4.10 Solid cohesion dependence of the maximum true stress for the two alloys investigated in this study.

においても凝固の進行にともない m 値が小さくなる。そのため、半凝固状態においても Iwasaki らにより示唆された変形機構の遷移が生じていると考えられる。しかしながら、固液共存状態における合金の m 値の減少挙動を支配する因子に関しては従来までに明らかにされていない。

Stage 2 では、凝固の進行に伴い温度、固相率、固相結合率が変化する。これらの変化が m 値の変化に影響を及ぼすと考えられる。温度低下が初晶 α 相単体の m 値に及ぼす影響に関して、Horiuchi らの報告[12]によれば Al-5.1at%Mg 合金の高温固体状態 (328 ~ 461 °C) における m 値は温度に依存せず約 0.33 であることが実験的に示めされている。また Spigarelli らの報告[13]によれば、純アルミニウム合金の高温固体状態 (400 ~ 600 °C) における m 値は温度に依らず約 0.22 であることが示されている。これらの従来報告より、温度の低下が初晶 α 相単体の m 値に及ぼす影響はほとんどないことが示唆される。 m 値の固相率依存性に関して、Farup ら[14]がアルミニウム DC 鋳造の熱応力解析に用いた m 値の構成式を下記に示す。

$$\{0 \leq f_l \leq f_{l,coh}\} \quad m = m_{solid} + (1 - m_{solid}) \left(\frac{f_l}{f_{l,coh}} \right) \quad (4.17)$$

ここで、 m_{solid} は固相線直下 (*Stage 4*) における m 値であり、 $f_{l,coh}$ は固相結合開始時の液相率である。Eq. (4.17) は固相結合開始から凝固完了まで ($0 \leq f_{sc} \leq 1$)、固液共存状態の m 値は液相率 $f_l (= 1 - f_s)$ の減少に比例して小さくなることを表現している。しかしながら Fig. 4.7(a) で明らかのように、2 合金の m 値は固相率の増加に比例して減少せず、また 2 合金の m 値の減少挙動は異なる。したがって、半凝固状態における m 値の変化を支配する因子は固相率ではない。

一方で Fig. 4.8(a) は *Stage 2* における 2 合金の m 値が固相結合率の増加に比例して減少することを示している。半凝固状態の合金の変形機構が初晶 α 相が互いに結合したスケルトン構造と残留液相の変形によって構成されると仮定すると、半凝固状態の合金の m 値の変化は下記に示すような複合則で表現できると考えられる。

$$\{0 \leq f_{sc} < f_{sc|eut.st}\} \quad m = m_{solid} \cdot \left(\frac{f_{sc}}{f_{sc|eut.st}} \right) + m_{liquid} \cdot \left(1 - \frac{f_{sc}}{f_{sc|eut.st}} \right) \quad (4.18)$$

m_{liquid} は液相の m 値であり、 $m = 1$ である。Eq. (4.18) において f_{sc} を $f_{sc|eut.st}$ で割ることによって、共晶凝固による固相結合率の増加の影響を排除することができる。Figs. 4.7(a), 4.8(a) に Eq. (4.18) により算出した 2 合金の m 値を実線で示す。フィッティングパラメータを必要とせずとも線形複合則は実験値とよく一致することが分かる。これらの結果より、半凝固状態における *Stage 2* の m 値の変化の支配因子は固相結合率であることが示唆された。任意のアルミニウム合金の *Stage 4* における m_{solid} と固相結合率の温度 (固相率) 依存性が既知であるならば、合金組成に依らず、Eq. (4.18) を用いて *Stage 2* における m 値を予測できる可能性が示唆された。

【Stage 3: 共晶凝固により固相結合が増加する段階】

Fig. 4.7(a)および Fig. 4.8(a)に示すように, Stage 2 では固相結合率が 10%増加すると m 値は 7.0 %以上減少するのに対して, Stage 3 では固相結合率が 10%増加しても m 値は 1.0%未満しか減少しない. 上記の Stage 2 における結果を鑑みると, 共晶凝固の進行に伴い初晶 α 相と共晶相の固相結合率が増加するにもかかわらず Stage 3 の m 値が変化しないのは理解しがたい. しかしながら, Al-11mass%Si-2.5mass%Cu 合金 (JIS AD12.1, ASTM A383.0 に対応) の m 値の固相率依存性は共晶凝固領域でほとんど変化しないことが報告されている[15,16]. Fig. 4.11 に本研究の 2 合金と Shinji ら[15]および Nishida[16]が得た Al-11mass%Si-2.5mass%Cu 合金の Stage 3 における m 値の固相率依存性の比較結果を示す. Shinji ら[15]は本研究と同じ装置を用いて半凝固状態における引張試験を実施している. 一方, Nishida[16]は, 半溶融状態における引張試験を行っている. Fig. 4.11 より, $f_s > 0.6$ から固相率が 10 %増加するにもかかわらず m 値の減少は 1.0 %未満であることがわかる. 従って, Stage 3 での m 値の挙動は, 本研究の 2 合金だけでなく, 他の合金でも観察される現象であることがわかる. これらの実験結果から, 共晶凝固の進行に伴って固相率や固相結合率が増加しても, Stage 3 における m 値はほとんど変化しないことが明らかとなった. したがって, Stage 3 における m 値の変化は, 以下の式で表されることになる. なお, m_{eut} は共晶凝固過程における m 値を指す.

$$\{f_{\text{sc}}|_{\text{eut.st}} \leq f_{\text{sc}} < 1\} \quad m_{\text{eut}} \cong m_{\text{solid}} \quad (4.19)$$

本研究において共晶凝固域で m 値が変化しない理由として, 半凝固状態の合金全体の粘性変形が初晶 α 相のスケルトン構造の粘性変形に支配されていることが考えられる. Fig. 4.11 を見ると Al-Si 系の共晶組成の m 値は Al-2mass%Cu 合金や Al-5mass%Mg 合金の m 値よりも小さいため, 共晶相は初晶 α 相に比べて粘性的な変形がしにくい(硬く脆性的である)ことがわかる. したがって, 全体の粘性変形の中で初晶 α 相の骨格構造が粘性変形しやすい箇所となるため, 硬く脆性的な共晶相が晶出しても全体の粘性変形に及ぼす影響はほとんどないのではないかと考えられる.

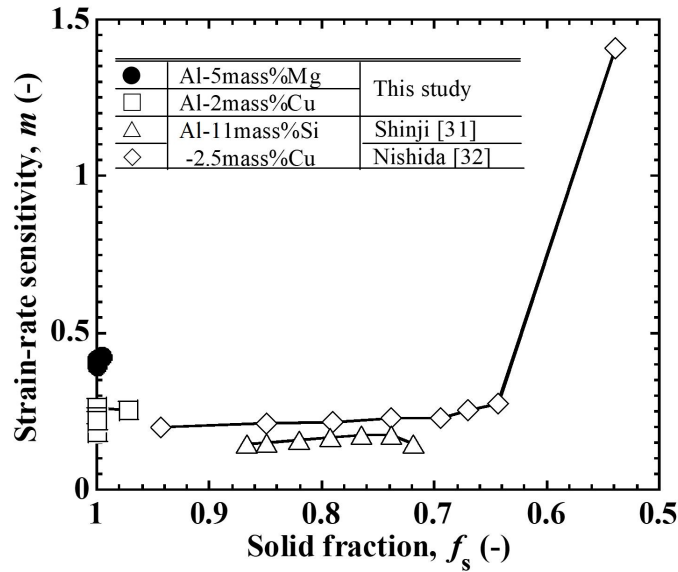


Fig. 4.11 Solid fraction dependence of m -values during eutectic solidification [15,16].

【Stage 4: 固相線直下の高温固体状態】

Stage 4 における m 値 (m_{solid}) は Al-5mass%Mg 合金と Al-2mass%Cu 合金で異なり, それぞれ $m \cong 0.4$, $m \cong 0.22$ である. 高温固体状態における固溶強化合金の m 値は, 転位の周りにある溶質雰囲気転位に引きずられるため, 純金属の m 値とは異なることが知られている[17]. Al-Mg 系合金のような多くの固溶強化合金の m 値は約 0.33, 純アルミニウムの m 値は約 0.2 である[17,18]. Chaudhuryら[19], Soliman[20]によれば, 本研究の歪速度範囲($10^{-3.5} \sim 10^{-2}/\text{s}$)における高温固体状態の Al-Cu 系合金の m 値は約 0.22 であると報告されている. 本研究における Al-5mass%Mg 合金および Al-2mass%Cu 合金の固相線温度における初晶 α 相を構成する元素の割合は, それぞれ Al:Mg = 82.4:17.6(at.%), Al:Cu = 97.5:2.5(at.%)であった(JmatPro v11.1: ThermoTech Ltd). このことから Al-5mass%Mg 合金の方が相対的に主溶質元素の固溶度が高いことが分かる. 固相線温度における Mg, Cu の母相 Al に対する固溶度の違いが一因となり, 固相線直下の m 値が 2 合金でそれぞれ異なると考えられる. また, 本研究で得られた Stage 4 における Al-5mass%Mg 合金と Al-2mass%Cu 合金の m 値はそれぞれ室温から昇温させた高温固体状態の Al-Mg 系合金[12,18]と Al-Cu 系合金[19,20]の m 値とほとんど一致する. このことから, 少なくとも Al-5mass%Mg 合金と Al-2mass%Cu 合金においては, 液相線温度から降温させた Stage 4 の m 値と室温から昇温させた高温状態の m 値は等しいことが示唆される. したがって, 先に提案した Stage 2 および Stage 3 における m 値の予測手法(Eq. (4.18),(4.19))に用いる m_{solid} は, 液相線温度から降温させた Stage 4 における引張試験で得る必要なく, 従来までに取得されてきた高温固体状態の m_{solid} を用いれば良いことが示唆される.

4.4.2 半凝固状態における粘性変形機構遷移の決定理論

以上を踏まえて、半凝固状態における微細等軸晶を持つ二元系アルミニウム合金の粘性変形機構の遷移 (m 値の変化) が固相结合率 f_{sc} により決定されることのメカニズムを考える。

まず合金全体の粘性変形機構の (1) 支配的要因と (2) 力学モデルについて整理する。 (1) 支配的要因について組織的、力学的観点に基づくと、支配的要因は「組織内でネットワーク構造を形成しており、かつ相対的に変形しやすい部分の粘性変形」であることがわかる。ここでのネットワーク構造とは連続的な液膜や固相の骨格構造などのことであり、それらが組織内に存在する割合は f_{sc} によって定量化できる。 (2) 力学モデルについて、2 元系アルミニウム合金における半凝固状態の粘性変形は「液相」、「初晶 α -Al 相」、「共晶相」のそれぞれ粘性変形の寄与により成り立つと仮定して、Fig. 4.12 に示す直列な力学モデルを構築した。初晶 α -Al 相の粘性変形に、 α -Al 相自体の粘性的な伸長変形 (Fig. 4.12 の 3 つ目) と、固/固界面におけるすべり変形 (Fig. 4.12 の 2 つ目) が含まれる理由は、固/固界面のせん断変形によるすべり変形 (粒界すべり) が存在するためである。以上を基に、微細等軸晶を持つ二元系アルミニウム合金 (亜共晶組成範囲内) の半凝固状態における粘性変形機構の遷移は Fig. 4.13 に示すように組織形態の変化 (固相结合の状態の変化) で区分できると考えた。下記に各 Stage についての詳細を示す。

【Stage 1: $f_{sc} = 0$ 】

Stage 1 では、組織を構成する相が初晶 α -Al 相と液相の 2 相のみであり、初晶 α -Al 相同士との接触がない連続的な液膜状態である。 Fig. 4.12 の力学モデルで作用する要素は液相のみであるため、合金系に依らず、Stage 1 の変形機構および m 値は下記となる。

Deformation mechanism:	Deformation of the liquid phase (Lubricated flow)
m -value:	$m = m_{\text{liquid}} = 1$

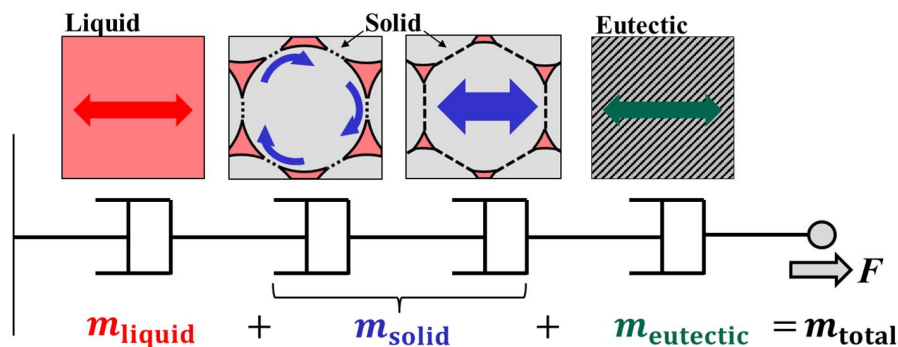


Fig. 4.12 Dynamic model of transition of deformation mechanisms during solidification.

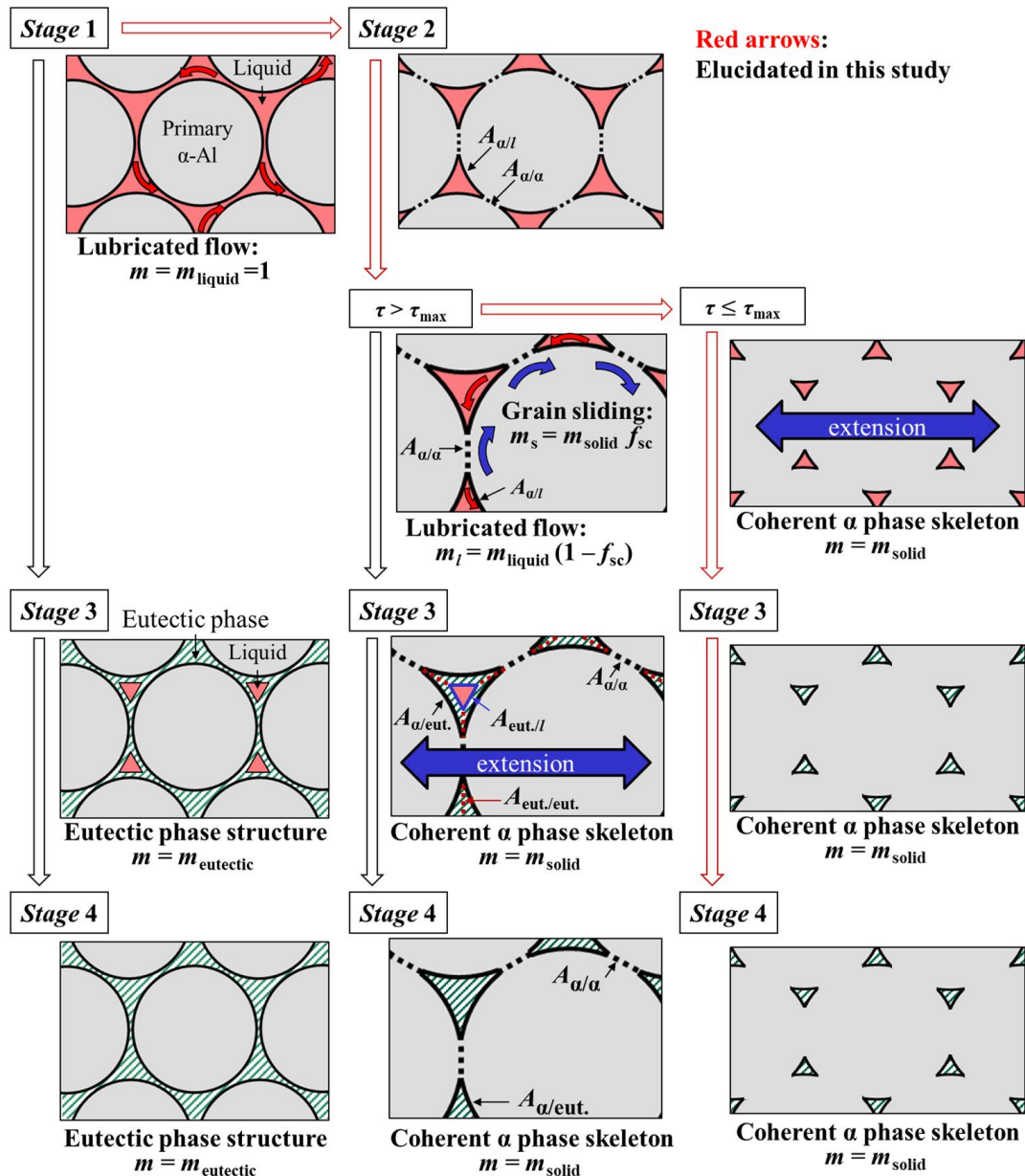


Fig. 4.13 Transition of deformation mechanisms of semi-solidified alloys during solidification.

【Stage 2: $0 \leq f_{\text{sc}} < f_{\text{sc|eut.st}}$ 】

次の Stage 2 では、初晶 α -Al 相と液相が共存し、かつ初晶 α -Al 相同士が結合する状態である。よって、Fig. 4.12 の力学モデルにおいて初晶 α -Al 相と液相が作用する。ここで初晶 α -Al 相の変形について、すべり変形と伸長変形のどちらが支配的な変形となるかを場合分けする必要がある。ここで本研究では、固相结合の状態によってこれらを判断できると考えた。

Fig. 4.14 に同一引張負荷条件下における異なる 2 つの固相结合率 f_{sc} を持つ初晶 α -Al 相の応力状態の簡略図を示す。 $A_{\alpha/\alpha}$ は初晶 α -Al 相同士の界面、 $A_{\alpha/l}$ は初晶 α -Al 相と液相の界面である。 F_{σ} は $A_{\alpha/\alpha}$ に生じる引張方向の荷重、 F_{τ} は $A_{\alpha/\alpha}$ におけるせん断方向の荷重であ

る。 τ_{\max} は $A_{\alpha/\alpha}$ におけるせん断強度である。なお、**Fig. 4.14(a)**と**Fig. 4.14(b)**の固相结合の状態は $A_{\omega/\alpha} < A'_{\omega/\alpha}$ である。

Stage 2 の初期は **Fig. 4.14(a)**のように $A_{\omega/\alpha}$ が比較的小さい。そのため、 $A_{\omega/\alpha}$ におけるせん断応力 $\tau (= F_{\tau} / A_{\omega/\alpha})$ が τ_{\max} を上回ることですべり変形が生じると考えられる。一方で、凝固が進行して **Fig. 4.14(b)**のように初晶 α -Al 相同士の結合が増加する ($A_{\omega/\alpha} < A'_{\omega/\alpha}$) と、ある固相结合率において τ が τ_{\max} と等しいもしくは下回るようになる。この場合には、 $A_{\omega/\alpha}$ におけるすべり変形が生じなくなり、引張応力 $\sigma (= F_{\sigma} / A_{\omega/\alpha})$ によって初晶 α -Al 相自体が変形する、すなわち初晶 α -Al 相の骨格構造が伸長変形すると考えられる。以下、各変形に対する発現条件をまとめる。

$$\begin{aligned} \text{すべり変形:} & \quad \tau (= F_{\tau} / A_{\omega/\alpha}) > \tau_{\max} \\ \text{伸長変形:} & \quad \tau (= F_{\tau} / A_{\omega/\alpha}) \leq \tau_{\max} \end{aligned}$$

Stage 2 における変形機構について、上記 2 条件に対してそれぞれ詳細を示す。

[$\tau > \tau_{\max}$: $A_{\omega/\alpha}$ が相対的に小さい領域]

Fig. 4.13 に示すように $A_{\omega/\alpha}$ におけるすべり変形が発生すると、 $A_{\omega/l}$ においても潤滑すべりが生じる。そのため、この領域における合金全体の変形は、「固/固界面 (f_{sc}) における初晶 α -Al 相の変形」と「固/液界面 ($1 - f_{sc}$) における液相の変形」が複合して成り立つと考えられるため、*Stage 2* における m 値の変化は線形複合則 (**Eq. (4.18)**) で表現される。

Deformation mechanism:	Mixture of Lubricated flow and Grain boundary sliding
m -value:	$m = m_{\text{solid}} \cdot \left(\frac{f_{sc}}{f_{sc eut.st}} \right) + m_{\text{liquid}} \cdot \left(1 - \frac{f_{sc}}{f_{sc eut.st}} \right)$

[$\tau \leq \tau_{\max}$: 初晶 α -Al 相同士の結合により強固な骨格構造が形成する領域]

上述のように初晶 α -Al 相の強固な骨格構造による伸長変形が支配的となる。この時、粒界の残留液相は骨格構造内に存在するため、液相が全体の変形に及ぼす影響はほとんどない。したがって、**Fig. 4.12** の力学モデルにおいて初晶 α -Al 相自体の伸長変形のみが作用するとみなせるため、 m 値は $m_{\text{solid}} (= \text{const.})$ を示す。これ以降に f_{sc} が増加しても、初晶 α -Al 相の強固な骨格構造が形成されているため、 m 値は m_{solid} のまま変化しない。

Deformation mechanism:	Deformation of the coherent primary α -Al phase skeleton
m -value:	$m = m_{\text{solid}}$

以上のように *Stage 2* における粘性変形の遷移は初晶 α -Al 相同士の結合に支配されると考えられる。

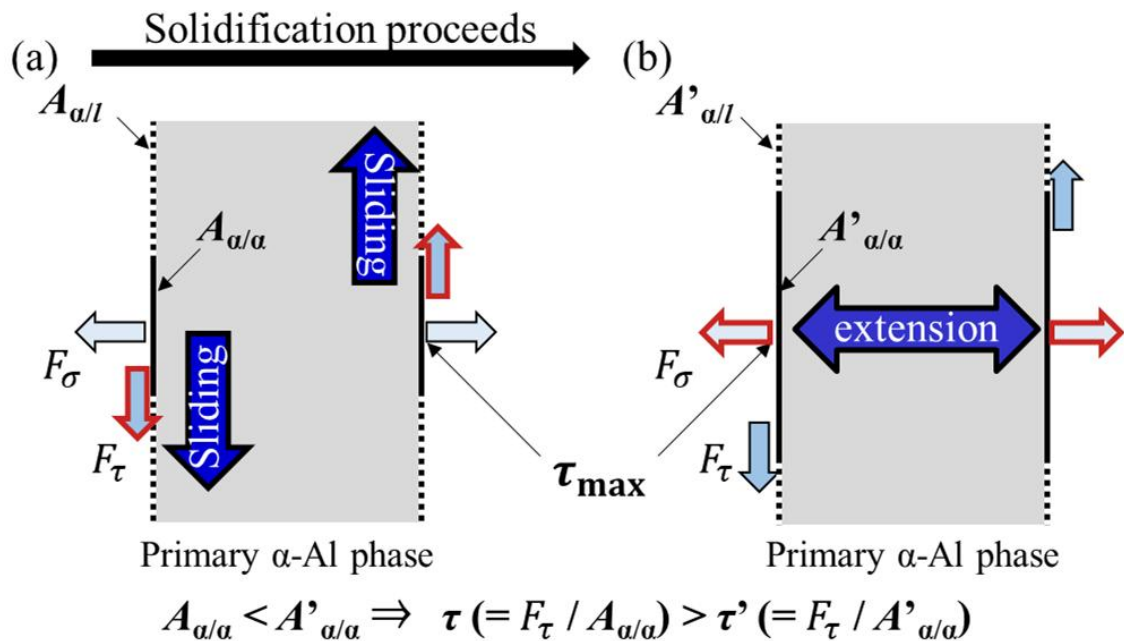


Fig. 4.14 Deformation mechanisms in Stage 2: (a) grain boundary sliding, (b) grain extension.

【Stage 3: $f_{sc|eut.st} \leq f_{sc} < 1$ 】

凝固過程の組織が Stage 3 になるパターンは Fig. 4.13 に示すように「Stage 1 から Stage 3」, 「Stage 2 [$\tau > \tau_{max}$] から Stage 3」, 「Stage 2 [$\tau \leq \tau_{max}$] から Stage 3」の 3 つある. 下記にそれぞれのパターンにおける粘性変形機構の遷移について考える.

[Stage 1 から Stage 3]

この領域では初晶 α -Al 相同士の接触がない状態で粒界の液膜が共晶相へ変態する. 熱平衡の観点から, 共晶変態は $A_{\alpha/l}$ から粒界三重点の中心に向かって進行すると仮定すると, Fig. 4.13 に示すように, 粒界において共晶相によるネットワーク構造が形成することが考えられる. この骨格構造により全体の粘性変形が支配されるならば, 全体の m 値は共晶相の m 値 ($m_{eutectic}$) を示すのではないかと考えられる.

Deformation mechanism:	Deformation of the eutectic phase structure
m -value:	$m = m_{eutectic}$

なお, この領域における粘性変形機構の遷移 (m 値の変化) は実験的根拠のない推察であることに留意されたい. Fig. 4.11 に示す Shinji らおよび Nishida らが取得した Al-11mass%Si-2.5mass%Cu 系合金の共晶凝固過程における m 値の変化を見ると, $f_s > 0.6$ で共晶合金の m 値が一定に推移することがわかる. そのため, 共晶相のネットワーク構造がある程度強固に形成していれば, 全体の粘性変形が共晶相のネットワーク構造に支配

されることが従来の実験結果より示唆される。この凝固パターンにおいて未解明な現象は、液膜状態から強固な共晶相のネットワーク構造が形成されるまでの初期の過程における粘性変形の遷移である。Nishida らが取得した m 値と固相率の関係を見ると、 $f_s < 0.6$ では固相率の増加に伴い m 値が減少していることがわかる。このことから、液膜状態 (Stage 1) から共晶相の強固なネットワーク構造が形成されるまでの過程で m 値が $m = 1$ から $m = m_{\text{eutectic}}$ に変化することが予想される。この m 値の変化がどのような変形機構の遷移に支配されるのかは今後の検討課題である。

[Stage 2 [$\tau > \tau_{\text{max}}$]から Stage 3]

この領域では Fig. 4.13 に示すように初晶 α -Al 相同士の骨格構造内の残留液相が共晶変態する。上述のように $A_{\alpha/l}$ から粒界三重点の中心に向かって共晶変態するならば、共晶相と初晶 α -Al 相の界面 $A_{\alpha/\text{eut.}}$ 、共晶相と液相の界面 $A_{\text{eut./l}}$ 、共晶相と共晶相の界面 $A_{\text{eut./eut.}}$ が形成される。この領域で粒界に晶出した共晶相が 2.3.5 項でレビューした「金属間化合物相が初晶 α -Al 相同士の結合を補助する役割」を担うならば、Fig. 4.13 に示すように、粒界の荷重負担面積が「 $A_{\alpha/\alpha}$ 」から共晶相によって「 $A_{\alpha/\alpha}$ と $A_{\text{eut./eut.}}$ 」へと増加する。そのため、全体の変形に対してこの初晶 α -Al 相と共晶相の複合的な骨格構造の変形が支配的になるのではないかと考えられる。骨格構造を構成する大部分は初晶 α -Al 相であり、かつ初晶 α -Al 相は共晶相よりも粘性変形しやすい。よって、初晶 α -Al 相の伸長変形が支配的になると考えられる。

Deformation mechanism:	Deformation of the coherent primary α -Al phase skeleton
m -value:	$m = m_{\text{solid}}$

なお、この領域における粘性変形機構の遷移 (m 値の変化) は実験的根拠のない推察であることに留意されたい。一方で微細等軸晶を持つ Al-2mass%Si 合金 (共晶凝固直前における初晶 α -Al 相同士の結合率は約 7%) の共晶凝固過程における m 値の変化を調査した結果、 m 値は共晶凝固開始から完了まで一定に推移することは実験的に示唆されている[21]。

[Stage 2 [$\tau \leq \tau_{\text{max}}$]から Stage 3]

この領域では Stage 2 において初晶 α -Al 相の強固な骨格構造が形成されているため、初晶 α -Al 相の伸長変形が支配的となる。したがって、 m 値は m_{solid} のまま変化しない。

Deformation mechanism:	Deformation of the coherent primary α -Al phase skeleton
m -value:	$m = m_{\text{solid}}$

【Stage 4: $f_{sc} = 1$ 】

Fig. 4.14 に示すように、それぞれ固相線直下の m 値を示す。なお、4.4.1 項で記述のとおり、液相線温度から降温させた引張試験で得る必要はなく、室温から昇温させた高温固体状態の m 値を示す。

以上のように、半凝固状態における粘性変形機構は遷移すると考えられる。なお、本理論は微細等軸晶を有する亜共晶組成内の二元系アルミニウム合金を対象としている。初晶 α -Al 相の晶出直後に金属間化合物相が晶出する場合や初晶がデンドライト形状の場合に関しては、今後の研究課題である。

4.4.3 半凝固状態における $\ln k$ 値の支配因子

Fig. 4.7(b) および Fig. 4.8(b) を見ると、2 合金の $\ln k$ 値の固相率及び固相结合率依存性はそれぞれ異なることが分かる。これは、半凝固状態における初晶 α 相単体の $\ln k$ 値の温度依存性が強いと考えられる。Spigarelli らの報告[13]によれば、400~600 °C における純アルミニウム合金の $\ln k$ 値は、 m 値とは異なり、温度依存性が大きいことが実験的に示唆されている。そこで Eq. (4.13) の両辺を自然対数変換した下記のアレニウス則を用いて半凝固状態における $\ln k$ 値の温度依存性を評価した。

$$\ln k = -\frac{Q}{R} \frac{1}{T_{ab}} + \ln A \quad (4.20)$$

Fig. 4.15 に 2 合金の $\ln k$ 値と絶対温度の逆数との関係を示す。2 合金の $\ln k$ 値は絶対温度の逆数の増加に比例しながら減少することが分かる。Table 4.3 に、最小二乗法により回帰分析して得られた 2 合金の見かけの活性化エネルギー Q 、 $\ln A$ 値および決定係数 R^2 を示す。この結果から、2 合金の $\ln k$ 値の変化は、固相率や固相结合率ではなく、アレニウス則に支配的であることが明らかになった。

Table 4.3 Materials parameters obtained by Eq. (4.20).

Alloy	Coefficient of determination, R^2	Activation energy, Q (kJ/mol)	Material parameter, $\ln A$ (-)
Al-2mass%Cu	0.903	582.6	76.7
Al-5mass%Mg	0.928	247.9	30.1

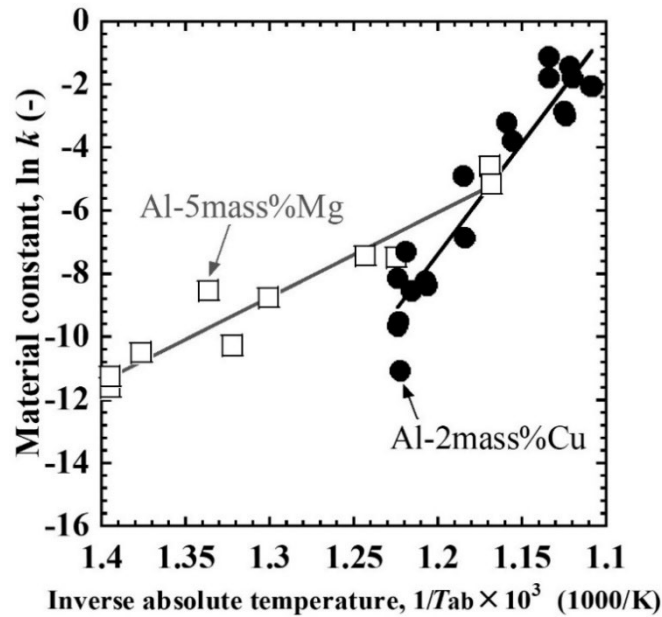


Fig. 4.15 Inverse absolute temperature dependence of $\ln k$ -value.

Fig. 4.7(b)と Fig. 4.8(b)より, Stage 3 における 2 合金の $\ln k$ 値は共晶凝固の進行に依らずほとんど変化しないことがわかる. この挙動は, 無変系共晶凝固反応に起因すると考えられる. Fig. 4.16 に Shinji ら[15]と Nishida[16]が取得した Al-11mass%Si-2.5mass%Cu 合金の共晶凝固過程における $\ln k$ 値と絶対温度の逆数の関係を示す. Al-11mass%Si-2.5mass%Cu 合金では, 一変系二元共晶反応 ($L \rightarrow \alpha\text{-Al} + \text{Si}$) 中に 571 °C から 501 °C まで温度が低下し, 501 °C で無変系三元共晶反応 ($L \rightarrow \alpha\text{-Al} + \text{Si} + \text{Al}_2\text{Cu}$) が生じる. また Si 量が共晶組成に近いので, Scheil-Gulliver モデルで算出した一変系二元共晶凝固開始前の初晶 α 相の晶出量は約 6.0 %である (JMatPro-v11.1, ThermoTech, Ltd.). したがって, Fig. 4.16 に示す $\ln k$ 値の温度依存性は共晶の $\ln k$ 値の温度依存性とみなすことができる. Fig. 4.16 を見ると, 一変系共晶反応中の $\ln k$ 値は絶対温度の逆数の増加にともない減少することが分かる. したがって, Stage 3 においても, 温度が変化する一変系共晶凝固反応があれば, 共晶の $\ln k$ 値は温度依存性を持つことが示唆される. 共晶の $\ln k$ 値が温度依存性を持つ理由は, 共晶を構成する $\alpha\text{-Al}$ 相の $\ln k$ 値が, 初晶 α 相と同様に, 温度依存性を有するためだと考えられる. 本研究の 2 合金では, Stage 3 で無変系二元共晶反応 (Al-5mass%Mg 合金は $L \rightarrow \alpha\text{-Al} + \text{Al}_8\text{Mg}_5$, Al-2mass%Cu 合金は $L \rightarrow \alpha\text{-Al} + \text{Al}_2\text{Cu}$) が生じるため, 固相率および固相結合率が増加しても $\ln k$ 値はほとんど変化しないと考えられる.

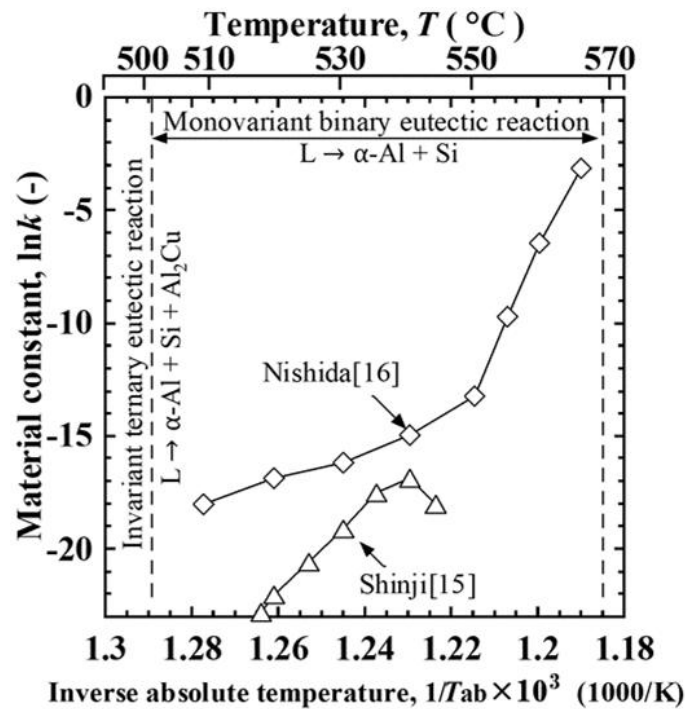


Fig. 4.16 Inverse absolute temperature of $\ln k$ -value during eutectic solidification [15,16].

4.5 結言

半凝固状態におけるアルミニウム合金の粘性特性(m 値および $\ln k$ 値)に及ぼす固相結合率の影響について実験的に調査した. 半凝固引張試験により Al-5mass%Mg 合金および Al-2mass%Cu 合金の粘性特性を取得した. 支配因子として着目した固相結合率は Campbell の理論モデルにより算出した. 固相結合率の算出に必要な二面角 θ は実験的に決定した. 粘性特性と固相結合率の関係を調査した結果, 初晶 α 相同士の結合が増加する領域 ($0 \leq f_{sc} < f_{sc|eut.st}$) における m 値の変化は, 固相結合率を考慮した下記の線形複合則に従うことが明らかになった; $m = m_{solid} (f_{sc} / f_{sc|eut.st}) + m_{liquid} (1 - f_{sc} / f_{sc|eut.st})$. 一方で, 凝固末期の共晶凝固過程 ($f_{sc|eut.st} \leq f_{sc} < 1$) においては, 共晶凝固による固相結合率の増加は m 値にほとんど影響を及ぼさないことが明らかになった; $m_{eut.} \cong m_{solid}$. また, 液相線温度から降温させた固相線直下 ($f_{sc} = 1$) における m 値は室温から昇温させた高温固体状態の m 値と一致することが示唆された. 上記の結果より, m 値の支配因子は固相結合率である可能性が示唆された. 合金組成によらず目的のアルミニウム合金の高温固体状態における m_{solid} 値と固相結合率が既知ならば, 本研究で提案した式によって半凝固状態における m 値を予測できることが示唆された. 半凝固状態における $\ln k$ 値の変化に関しては, 固相率や固相結合率よりもアレニウス則に支配的であることが実験的に示唆された.

参考文献

- [1] R. Takai, R. Hirohara, N. Endo, Y. Nagata, T. Okane, and M. Yoshida: *Mater. Trans.* 60 (2019) 2406-2415.
- [2] H. Iwasaki, T. Mori, M. Mabuchi, and K. Higashi: *Acta mater.* 46 (1998) 6351-6360.
- [3] R. Takai, S. Kimura, R. Kashiuchi, H. Kotaki, and M. Yoshida: *Mater. Sci. Eng. A* 667 (2016) 417-425.
- [4] K. Nakata, and F. Matsuda: *Trans. of JWRI* 24 (1995) 83-94.
- [5] J. A. Williams and A. R. E. Singer: *J. Inst. Met.*, 96 (1968) 5-12.
- [6] R. Hirohara, Y. Kawada, R. Takai, M. Otaki, T. Okane, and M. Yoshida: *Mater. Trans.* 58 (2017) 1299-1307.
- [7] T. W. Clyne and W. Kurz: *Metall. Trans. A* 12 (1981), 965-971.
- [8] S. Fujikawa and K. Hirano: *Mater. Sci. Eng.* 27 (1977) 25-33.
- [9] J. Campbell: *Metallography* (1971) 269-278.
- [10] A. Matsushita, R. Takai, H. Ezaki, T. Okane, and M. Yoshida: *Metall. Mater. Trans. A* 48 (2017) 1701-1707.
- [11] Y. Nagata, R. Onizawa, M. Someya, H. Kotaki, R. Takai, M. Ebata, T. Okane, M.K.Faiz, and M. Yoshida: *J. Jpn. Inst. Light Metals* 71 (2021) 112-120.
- [12] R. Horiuchi and M. Otsuka: *Trans. JIM* 13 (1972) 285-293.
- [13] S. Spigarelli and R. Sandström: *Mater. Sci. Eng. A*, 711 (2018), 343-349.
- [14] I. Farup and A. Mo: *Metall. Mater. Trans. A* 31 (2000) 1461-1472.
- [15] K. Shinji, H. Takahashi, Y. Motoyama, and M. Yoshida: *J. Jpn. Inst. Light Metals* 63 (2013) 253-259.
- [16] K. Nishida: *seisan-kenkyu*, 28 (1976), 464-473.
- [17] O. D. Sherby and P. M. Burke: *Prog. Mater. Sci.* 13 (1968) 323-390.
- [18] F. A. Mohamed and T. G. Langdon: *Acta Metall.* 22 (1974) 779-788.
- [19] P. K. Chaudhury and F. A. Mohamed: *Mater. Sci. Eng. A* 101 (1988) 13-23.
- [20] M. S. Soliman: *Mater. Sci. Eng. A* 201 (1995) 111-117.
- [21] 平野 椋己, 尾崎 祥悟, 永田 益大, 宮地 諒輔, 岡根 利光, 吉田 誠: 日本鑄造工学会全国講演大会, 180 (2022), 129.

第5章 固相結合を主因子とした数理モデルに基づく有限要素解析による半凝固状態のアルミニウム合金の粘性特性取得とその有効性の検証

5.1 緒言

半凝固状態における粘性特性を種々の合金組成に対して実験的に取得することは多大なコストと時間を要する。そのため、実験を行わずして半凝固状態の粘性特性を取得する手法が望まれている。第2章で示したように、実組織をベースに作成した解析モデル(以下、実組織モデルと称す、またそのモデリング手法を実組織モデリングと称す)による有限要素解析(FEM)で半凝固状態の粘性特性を取得する手法が提案されている[1,2]。Al-Mg系合金[1,2]およびAl-Cu系合金[2]に対して実組織モデルの有効性は検証されており、粘性特性の解析値と実験値が概ね一致することが報告されている。しかしながら、実組織モデリングでは種々の合金に対して温度(固相率)を変量した半凝固状態の水冷試験を行わなければならない。半凝固状態の引張試験ほどではないが、半凝固状態の組織を取得するためにコストと時間がかかる。

本研究では、実験を行わずして半凝固状態の粘性特性を取得する手法を構築するために、合金系を超越した粘性特性の支配因子に基づいた数理的なモデリングに着目した。第4章において、合金系を超越した粘性特性の支配因子として、固相結合率が実験的に示唆された。等軸な初晶 α 晶と液相の2相で構成される半凝固状態の組織に対しては、その組織における固相結合率を幾何学的に決定する数理モデルが提案されており[3,4]、下記に示すCampbellの数理モデル[3]を第4章で用いた。

$$f_{sc} = 1 - f_{LGB} = 1 - 2.64 \left(\frac{1 - f_s}{k} \right)^{0.5} \quad (5.1)$$

$$k = \sqrt{3} + \frac{3}{\tan(30 - \theta/2)} - \left(\frac{30 - \theta/2}{60} \right) \frac{\pi}{\sin^2(30 - \theta/2)} \quad (5.2)$$

ここで、 f_{LGB} , f_s , θ はそれぞれが液相と初晶 α 相の界面の面積率、固相率、固/液界面の二面角である。Eqs. (5.1),(5.2)に従えば、二面角 θ [5,6]と固相率 f_s のみを変数として固相結合を主因子とした組織の数理的なモデリング(以下、固相結合モデリングと称す、また作成された解析モデルを固相結合モデルと称す)が可能である。これまでのFEMによる半凝固状態における力学挙動の取得において、組織を数理的にモデリングする報告は多数報告されている;規則配列モデル[7,8], 2D ボロノイ図[9-15], 3D ボロノイ図[16-18], フェーズフィールド法[19,20].

しかしながら、固相結合を主因子とした数理的なモデリングをした報告は従来までにない。固相結合が合金系を超越した粘性特性の支配因子ならば、固相結合モデルを用いた FEM によって合金系に依らず半凝固状態の粘性特性を取得できる可能性がある。

本研究では、実験を行わずして半凝固状態の粘性特性を取得する手法の構築を目的とする。そのために、合金系を超越した支配因子である固相結合を主因子とした数理的なモデリング手法を提案する。モデリング手法は Campbell の数理モデル[3]に基づいて構築する。本手法で作成した半凝固状態の組織の解析モデルに対して FEM による引張応力解析を行い、粘性特性の温度依存性を取得する。供試材料は微細化剤を添加した Al-5mass%Mg 合金と Al-2mass%Cu 合金である。本手法で得られた解析値を、第 4 章で得られた実験値と実組織モデリングによる解析値[2]と比較する。これにより、本モデリング手法の有効性を検証する。なお、本手法は Campbell 数理モデルに基づくため、適用できる対象は等軸な初晶を持つ半凝固状態のアルミニウム合金のみである。

5.2 解析手法

簡易的な半凝固状態の組織の 2D モデルを引張応力解析することで粘性特性を取得する手法を構築した。その手順は下記の通りである。

1. Campbell 数理モデルに基づいた半凝固状態の組織モデリング (5.2.1 項)
2. 作成したモデルの引張応力解析 (5.2.2 項)
3. 応力-ひずみ曲線および粘性特性の取得 (5.2.3 項)

なお、上記の工程 2 と 3 は、Matsushita ら[1]が提案した解析手法を用いた。

5.2.1 解析モデル作成方法

凝固過程における固相同士の結合を表現する Campbell[3]数理モデルに基づいた半凝固状態の組織の 2D モデリング手法を構築した。モデリング手法の模式図を Fig. 5.1 に示す。本手法は等軸晶で形成された半凝固状態の組織を対象とする。粒界三重点の中心点を点 $O(a, b)$ 、点 O から固/液界面の端点 A および B までの長さを t と定義する。それにより、Fig. 5.1 における点 A, B の座標は下記のように表現される。

$$A: (a, b - t) \quad (5.3)$$

$$B: \left(a - \frac{\sqrt{3}}{2}t, b + \frac{1}{2}t \right) \quad (5.4)$$

点 A における固/液界面との接線 m は **Eq. (5.5)** のように表すことができる.

$$m: y = -\frac{1}{\tan \frac{\theta}{2}}(x - a) + b - t \quad (5.5)$$

また, 点 O から固/液界面の円弧の中心点 O' を通る直線 l は下記のように表される.

$$l: y = \frac{1}{\sqrt{3}}(x - a) + b \quad (5.6)$$

さらに, 点 A と点 O' を通る直線を n とすると, 直線 n は接線 m の垂線であるため,

$$n: y = \tan \frac{\theta}{2}(x - a) + b - t \quad (5.7)$$

と表現できる. **Eqs. (5.6), (5.7)** より, 点 O' の座標は,

$$O': \left(a - \frac{\sqrt{3} t}{1 - \sqrt{3} \tan \frac{\theta}{2}}, b - \frac{t}{1 - \sqrt{3} \tan \frac{\theta}{2}} \right) \quad (5.8)$$

と記述できる. したがって, 固/液界面 AB の半径 r は,

$$r = \frac{\sqrt{3t^2 \left(1 + \tan^2 \frac{\theta}{2} \right)}}{\sqrt{\left(1 - \sqrt{3} \tan \frac{\theta}{2} \right)^2}} \quad (5.9)$$

となり, 固/液界面 AB を記述するための数式は **Eq. (5.10)** と表現できる. ただし, 固/液界面は点 A から B までであるため **Eq. (5.11)** の範囲を持つ.

$$AB: \left\{ x - \left(a - \frac{\sqrt{3} t}{1 - \sqrt{3} \tan \frac{\theta}{2}} \right) \right\}^2 + \left\{ y - \left(b - \frac{t}{1 - \sqrt{3} \tan \frac{\theta}{2}} \right) \right\}^2 = \frac{3t^2 \left(1 + \tan^2 \frac{\theta}{2} \right)}{\left(1 - \sqrt{3} \tan \frac{\theta}{2} \right)^2} \quad (5.10)$$

$$a - \frac{\sqrt{3}}{2}t \leq x \leq a, \quad b - t \leq y \leq b + \frac{1}{2}t \quad (5.11)$$

残りの固/液界面 BC, CA についても同様に算出すると,

$$BC: (x - a)^2 + \left\{ y - \left(\sqrt{3}a + 2b + \frac{2t}{1 - \sqrt{3} \tan \frac{\theta}{2}} \right) \right\}^2 = \frac{3t^2 \left(1 + \tan^2 \frac{\theta}{2} \right)}{\left(1 - \sqrt{3} \tan \frac{\theta}{2} \right)^2} \quad (5.12)$$

$$-\frac{\sqrt{3}}{2}t \leq x \leq \frac{\sqrt{3}}{2}t - a, \quad \sqrt{3}a + 2b + \frac{2 + \sqrt{3(1 + \tan^2 \frac{\theta}{2})}}{1 - \sqrt{3} \tan \frac{\theta}{2}} \leq y \leq b + \frac{1}{2}t \quad (5.13)$$

$$CA: \left\{ x - \left(\frac{\sqrt{3}t}{1 - \sqrt{3} \tan \frac{\theta}{2}} - a \right) \right\}^2 + \left\{ y - \left(b - \frac{t}{1 - \sqrt{3} \tan \frac{\theta}{2}} \right) \right\}^2 = \frac{3t^2(1 + \tan^2 \frac{\theta}{2})}{(1 - \sqrt{3} \tan \frac{\theta}{2})^2} \quad (5.14)$$

$$a \leq x \leq \frac{\sqrt{3}}{2}t - a, \quad b - t \leq y \leq b + \frac{1}{2}t \quad (5.15)$$

となる。上記の **Eqs. (5.10)-(5.15)**より、粒界三重点の固/液界面をモデリングした。

上記のモデリングには 2 つの特徴がある。1 点目は、二面角 θ によって任意の合金系の半凝固状態における等軸組織を模擬できる点である。二面角は合金系に固有の値であり、従来研究において合金系で二面角が異なることが報告されている[5,6]。2 点目は、**Fig. 5.1** における長さ t を変量することで凝固過程における任意の固相率 f_s における組織を表現できる点である。本研究では、結晶粒が微細等軸な Al-2mass%Cu 合金と Al-5mass%Mg 合金を解析対象とした。第 4 章で取得した二面角 (Al-2mass%Cu 合金: 12.5° , Al-5mass%Mg 合金: 39°) を用いることで、2 合金の凝固過程の固/液界面をそれぞれ表現した。また t を変量することで、Al-5mass%Mg 合金は $0.75 < f_s \leq 1$, Al-2mass%Cu 合金は $0.85 < f_s \leq 1$ における組織をモデリングした。本手法により作成した解析モデルを引張応力解析して、粘性特性を取得する。

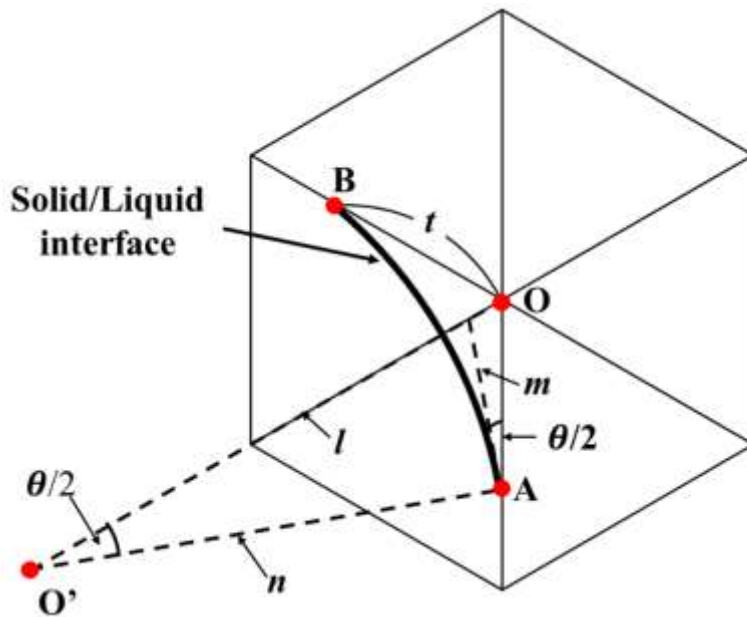


Fig. 5.1 Schematic diagram of modeling for solid/liquid interface.

5.2.2 引張応力解析

有限要素解析ソフトウェア (Abaqus ver.6.15) により, 5.2.1 節で作成した解析モデルを引張応力解析した. 解析手法には, Matsushita ら[1]が提案した Euler-Lagrange 連成解析を採用した. この連成解析では, 大変形に適する Euler 要素を解析モデルに割り当て, そのモデルの外縁を Lagrange 要素の枠で囲んでいる. Lagrange 要素で囲む理由は, Euler 要素に強制変位を与えられないためである.

解析モデルの固相と液相に材料特性を与える. 本研究では Takatori ら[2]と同じ特性値を各相にそれぞれ与えた (Table 5.1). これは, 本研究と Takatori ら[2]の解析値の比較から, 半凝固状態の組織のモデリング手法が解析結果に及ぼす影響を抽出するためである.

境界条件の模式図を Fig. 5.2 に示す. 最外周の点 O と点 P は各短辺の中心である. 点 O は完全固定とした ("ENCASTRE "). 点 P には強制変位 u_x を与えており, 実験値 (第 4 章) のひずみ速度条件と同様になるよう, Al-5mass%Mg 合金では引張速度を 0.001 mm/s, Al-2mass%Cu 合金では 0.03 mm/s とした. また, 解析の初期に慣性力が大きくなりすぎないように, 加速度を一定にして引張速度を増加させた. Lagrange 要素の枠の最外周すべての節点に, 周期的境界条件として下記の線形多点拘束を与えた;

$$\begin{cases} u_y(X_{\text{TOP}}) = u_y(X_{\text{BTM}}) \\ u_x(X_{\text{TOP}}) - u_x(X_{\text{BTM}}) = u_x(P) \end{cases} \quad (5.16)$$

$$\begin{cases} u_x(Y_{\text{TOP}}) = u_x(Y_{\text{BTM}}) \\ u_y(Y_{\text{TOP}}) - u_y(Y_{\text{BTM}}) = u_y(R) - u_y(Q) \end{cases} \quad (5.17)$$

ここで, $u_i()$ は"()"内の節点における i 軸方向の変位である. Eqs. (5.16), (5.17)は, それぞれ短辺, 長辺の節点の同期変位を示している.

Table 5.1 Temperature dependence of material properties of solid phase for two alloys [2].

	Al-5mass%Mg alloy (448 < T [°C] < 637)	Al-2mass%Cu alloy (548 < T [°C] < 655)
E , MPa	$-42.7 T + 71622$	$-44.2 T + 70659$
ν	$5 \times 10^{-5} T + 0.328$	$5 \times 10^{-6} T + 0.335$
n_{eff}	$1.8 \times 10^{-3} T + 1.66$	$1.8 \times 10^{-3} T + 3.63$
$\log k$	$1.44 \times 10^{-2} T - 11.4$	$1.44 \times 10^{-2} T - 11.5$

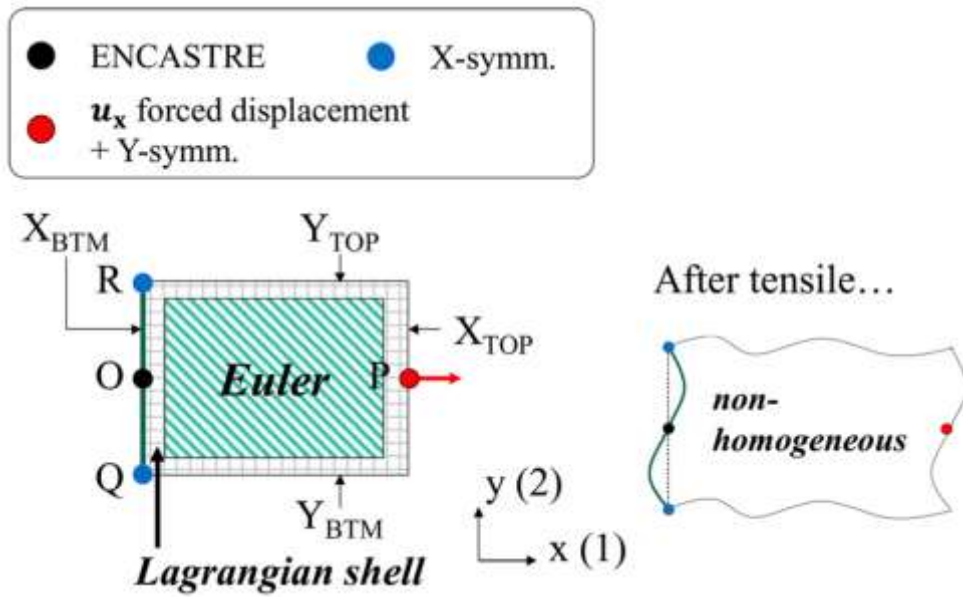


Fig. 5.2 Schematic of the boundary conditions [1,2].

5.2.3 半凝固状態の力学特性の取得方法

5.2.3.1 応力とひずみ

引張応力解析の出力値は、時間ごとの各要素における固相および液相の「体積分率」、
「応力」、「ひずみ」である。これらを用いてモデル全体の応力-ひずみ曲線を取得する。はじめ
に、要素を均質体と仮定して、任意の時間における 1 要素内に生じる X 軸方向の応力 σ_x^{elem}
およびひずみ $\varepsilon_x^{\text{elem}}$ を下記の式で算出する。

$$\sigma_x^{\text{elem}} = f_s^{\text{elem}} \cdot \sigma_x^{\text{sol}} + f_l^{\text{elem}} \cdot \sigma_x^{\text{liq}} \quad (5.18)$$

$$\varepsilon_x^{\text{elem}} = f_s^{\text{elem}} \cdot (\varepsilon_{\text{el},x}^{\text{sol}} + \varepsilon_{\text{pl},x}^{\text{sol}}) + f_l^{\text{elem}} \cdot (\varepsilon_{\text{el},x}^{\text{liq}} + \varepsilon_{\text{pl},x}^{\text{liq}}) \quad (5.19)$$

f_s^{elem} , f_l^{elem} は 1 要素内の固相および液相の体積分率である。 σ_x^{sol} , σ_x^{liq} は X 軸方向の応力である。 $\varepsilon_{\text{el},x}^{\text{sol}}$, $\varepsilon_{\text{el},x}^{\text{liq}}$ は弾性ひずみ, $\varepsilon_{\text{pl},x}^{\text{sol}}$, $\varepsilon_{\text{pl},x}^{\text{liq}}$ は塑性ひずみである。上付き文字が sol. は固相, liq. は液相を示している。Eqs. (5.18).(5.19)を全解析時間かつ全 Euler 要素に対して行う。

次に、任意の時間における解析モデルに対して $\sum \sigma_x^{\text{element}}$ および $\sum \varepsilon_x^{\text{element}}$ を算出する。この積算値をモデル全体の体積で割ることで単位体積あたりの平均応力 σ_x^{ave} と平均ひずみ $\varepsilon_x^{\text{ave}}$ を算出する。

$$\sigma_x^{\text{average}} = \sum \sigma_x^{\text{element}} / \sum (f_s^{\text{element}} + f_l^{\text{element}}) \quad (5.20)$$

$$\varepsilon_x^{\text{average}} = \sum \varepsilon_x^{\text{element}} / \sum (f_s^{\text{element}} + f_l^{\text{element}}) \quad (5.21)$$

算出された $\sigma_x^{\text{average}}$ および $\varepsilon_x^{\text{average}}$ を時間軸に対して昇順に統合する。これにより解析モデル部分の平均的な応力とひずみの時間依存性($\sigma = f(\text{time})$, $\varepsilon = f(\text{time})$)が得られ、最終的に応力-ひずみ曲線を取得することができる。

5.2.3.2 Norton 則における粘性特性

Matsushita らが提唱した方法(以下, Matsushita's method と称す)[21]を用いて, 応力-ひずみ曲線から Norton 則における粘性特性(n_{eff} 値, k 値)を取得した。Eq. (5.22)に示すように半凝固状態における合金には加工硬化に寄与する塑性歪がないと仮定する。その場合, Eq. (5.23)に示すフックの法則と Norton 則より, Eq. (5.24)が得られる。

$$\varepsilon_{\text{total}} = \varepsilon_{\text{elastic}} + \varepsilon_{\text{visco}} \quad (5.22)$$

$$\varepsilon_{\text{elastic}} = \sigma_{\text{true}}/E \quad (5.23)$$

$$\ln \dot{\varepsilon}_{\text{visco}} = \ln(\dot{\varepsilon}_{\text{total}} - \dot{\sigma}_{\text{true}}/E) = n_{\text{eff}} \cdot \ln \sigma_{\text{true}} + \ln k \quad (5.24)$$

$\varepsilon_{\text{total}}$ は全ひずみ, $\varepsilon_{\text{elastic}}$ は弾性ひずみ, $\varepsilon_{\text{visco}}$ は粘性ひずみ, E はヤング率である。 $\dot{\varepsilon}_{\text{total}}$, $\dot{\sigma}_{\text{true}}$ はそれぞれ全ひずみ速度, 応力速度である。半凝固状態の合金の力学挙動が Eqs. (5.1),(5.22),(5.23)を満たすとき, Eq. (5.24)に示すように応力と粘性ひずみ速度の両対数関係が直線になる。したがって, n_{eff} 値と $\ln k$ 値はそれぞれ応力と粘性ひずみ速度の両対数関係の傾きと切片 ($\sigma = 1 \text{ MPa}$)から決定することができる。

5.3 解析結果

5.3.1 解析モデル

Fig. 5.3(a)および**Fig. 5.4(a)**に, Al-5mass%Mg合金とAl-2mass%Cu合金の $f_s \approx 0.92$ における組織をそれぞれ示す[2]. グレー部は初晶 α 相, 黒色部は粒界に存在する液相である. 2合金の組織を比較すると, Al-2mass%Cu合金の方がAl-5mass%Mg合金よりも初晶 α 相同士の結合部が多いことが定性的にわかる. これは固/液界面における二面角がAl-2mass%Cu合金の方が小さいためだと考えられる. **Fig. 5.3(b)**および**Fig. 5.4(b)**に固相結合モデリングで作成したAl-5mass%Mg合金とAl-2mass%Cu合金の解析モデルを示す. 黒色部は初晶 α 相であり, 白色部は液相を示している. **Fig. 5.3(b)**および**Fig. 5.4(b)**はどちらも固相率は0.92であるが, 固相結合率 f_{sc} は合金系によって異なる(Al-5mass%Mg合金: $f_{sc} = 0.39$, Al-2mass%Cu合金: $f_{sc} = 0.18$). この簡易的に固相結合を主因子としたモデルの粘性特性の解析結果について, 実組織モデルの解析値[2]または第4章の実験値との整合性を検討する.

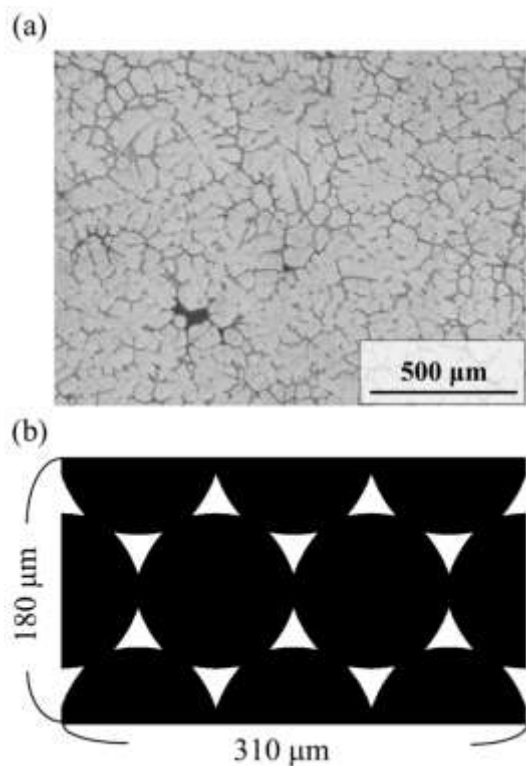


Fig. 5.3 Comparison between (a)microstructure [2] and (b)numerical model for Al-5mass%Mg alloy ($f_s \approx 0.92$).

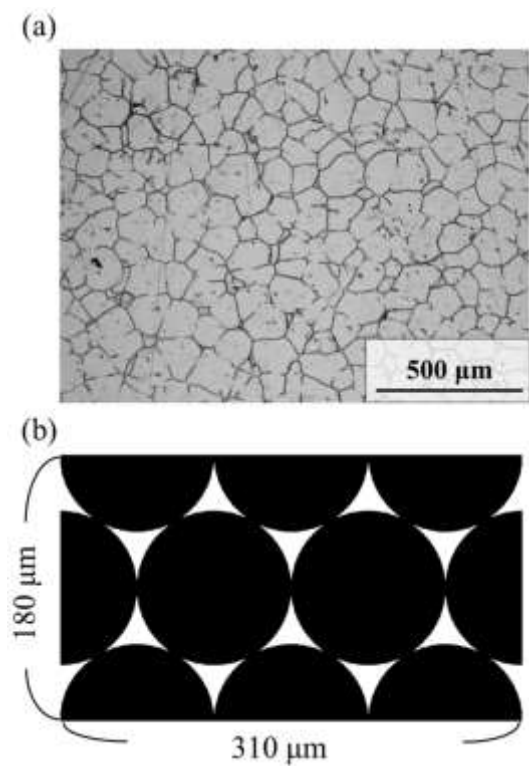


Fig. 5.4 Comparison between (a)microstructure [2] and (b)numerical model for Al-2mass%Cu alloy ($f_s \approx 0.92$).

5.3.2 半凝固状態の力学特性

Fig. 5.5 に解析で得られた応力-ひずみ曲線の一例を示す. 実線は本研究の固相結合モデル, 破線は Takatori ら[2]の実組織モデルから得られた解析結果をそれぞれ示している. 2 つのモデルから得られた応力-歪曲線は 2 合金ともに一致することがわかる. Fig. 5.6 に Eq. (5.24) に示した応力とひずみ速度の両対数関係を示す. 2 つのモデルの粘性特性を取得する領域における応力とひずみ速度の両対数関係は固相率が高いほど相関が良いことがわかる.

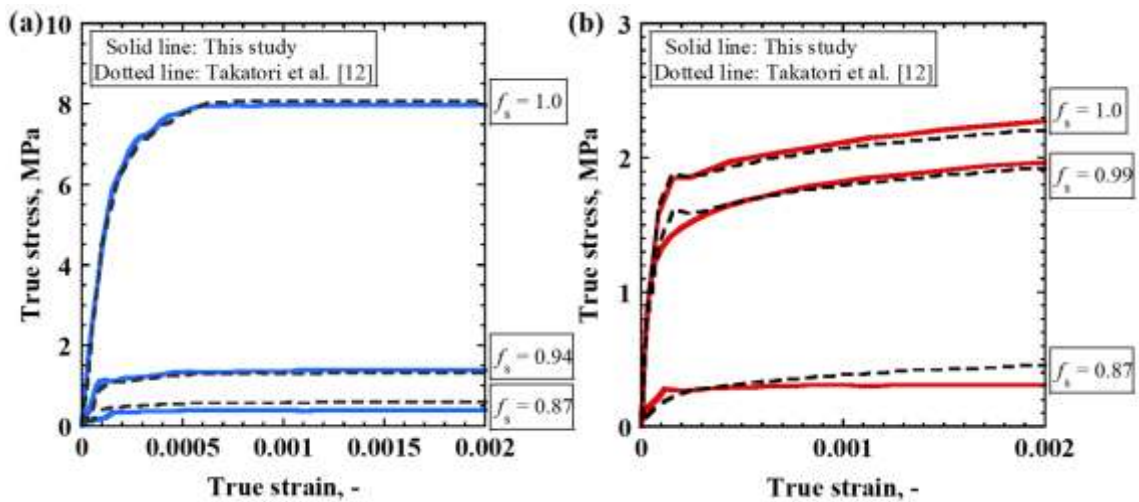


Fig. 5.5 Stress-strain curves obtained from the analyses for (a) Al-5mass%Mg alloy and (b) Al-2mass%Cu alloy.

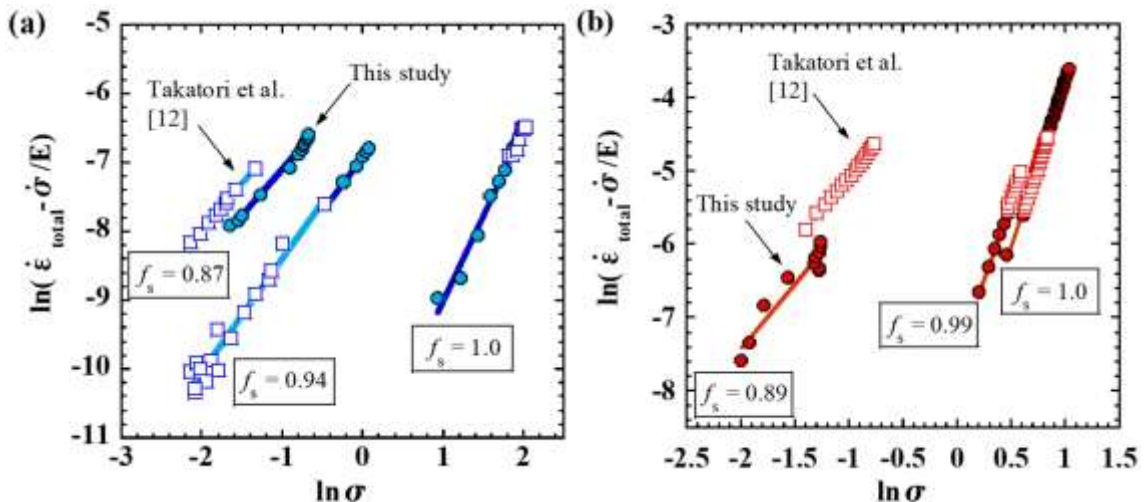


Fig. 5.6 Relationships between stress and strain rate for (a) Al-5mass%Mg alloy and (b) Al-2mass%Cu alloy.

Fig. 5.7 と Fig. 5.8 に, Fig. 5.6 から取得した Al-5mass%Mg 合金と Al-2mass%Cu 合金の粘性特性 n_{eff} 値と k 値の固相率依存性をそれぞれ示す. また第 4 章で取得した実験値を併記する. 固相結合モデルの解析値は, 固相率の増加に対して n_{eff} 値は増加, k 値は減少するという実験値の傾向と一致することがわかる. また, 固相結合モデルの解析値は実組織モデルの解析値と良い相関を示した.

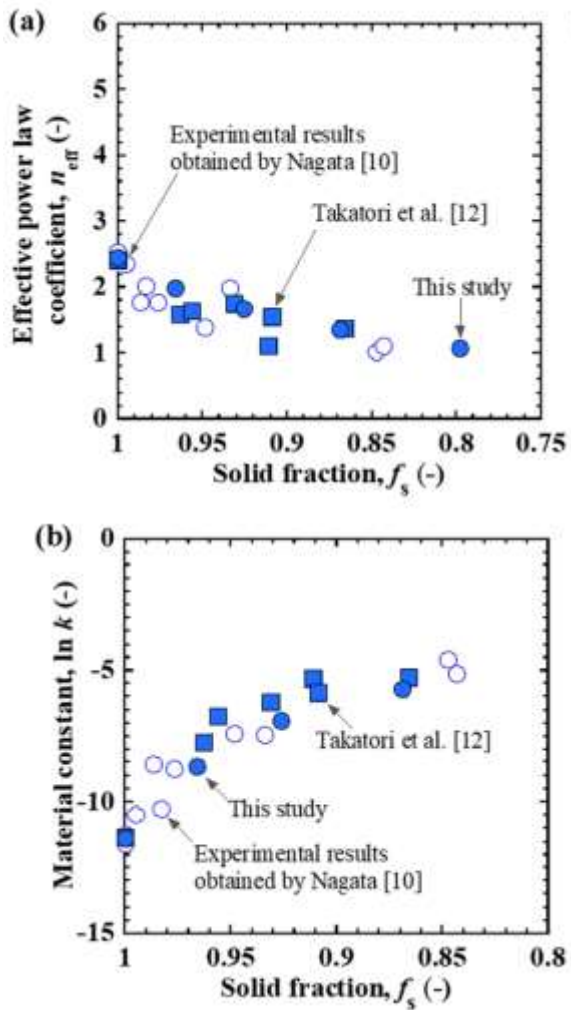


Fig. 5.7 Comparison of the viscous properties obtained from analyses and experiments for Al-5mass%Mg alloy: (a) n_{eff} -value and (b) k -value.

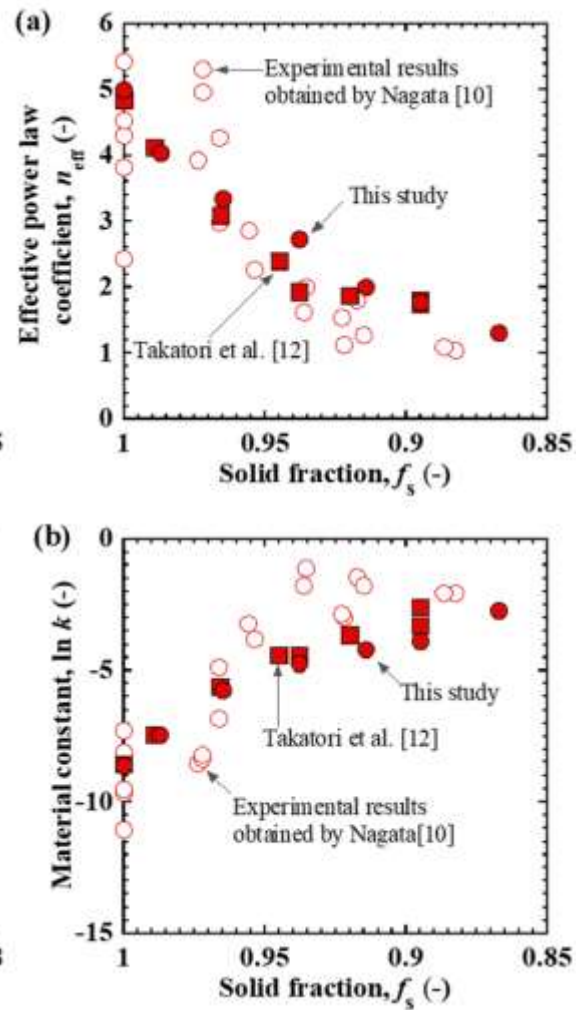


Fig. 5.8 Comparison of the viscous properties obtained from analyses and experiments for Al-2mass%Cu alloy: (a) n_{eff} -value and (b) k -value.

5.4 考察

5.4.1 固相結合が半凝固状態の組織に対する有限要素法に及ぼす影響

Figs. 5.5, 5.6 より, 2 つの解析モデルより得られた応力とひずみの関係が互いに一致することがわかる. またその結果, **Figs. 5.7, 5.8** に示すように, 2 つのモデルの半凝固状態における粘性特性の解析値も互いに一致した. このことから, 半凝固状態の力学特性を有限要素法で解析的に予測する際には, 解析モデルに対して凝固過程における固相結合率を考慮する必要があることが示唆された. 本研究で提案した固相結合モデリングを用いれば, 少なくとも Al-5mass%Mg 系合金と Al-2mass%Cu 合金の半凝固状態における粘性特性を, 実組織モデルと同程度の精度で取得できることが示された.

5.4.2 本手法による粘性特性の解析値の有効性検証

合金系を超越した半凝固状態の粘性特性の支配因子は実験的に示唆されている; m 値の支配因子は固相結合率 ($m = f(f_{sc})$), k 値の支配方程式はアレニウス則 ($\ln k = f(1/T)$). **Figs. 5.7, 5.8** に示す粘性特性を上記の支配因子で整理することで, 本手法の解析値の有効性を検証する.

Fig. 5.9 に k 値と絶対温度の逆数の関係を示す. グラフ内の実線は, **Eq. (5.1)**の両辺を自然対数変換したアレニウス則である;

$$\ln k = -\frac{Q}{R} \frac{1}{T_{ab}} + \ln A \quad (5.25)$$

(Al5mass%Mg: $Q = 247.9\text{kJ/mol}$, $\ln A = 30.1$)
(Al2mass%Cu: $Q = 582.6\text{kJ/mol}$, $\ln A = 76.7$)

Fig. 5.9 を見ると, 解析的に得られた半凝固状態の k 値は実験値と一致している. 本研究および Takatori ら[2]の解析では固相と液相の材料定数に温度依存性を考慮しているため, アレニウス則で支配される k 値の解析値が実験値と良い相関を示したと考えられる.

Fig. 5.10 に m 値と固相結合率の関係を示す. グラフ内の実線は, 第 4 章で実験的に示唆された半凝固状態の m 値と固相結合率の関係式である;

$$[0 \leq f_{sc} < f_{sc|eut.}] \quad m = m_{sol.} \cdot \left(\frac{f_{sc}}{f_{sc|eut.}} \right) + m_{liq.} \cdot \left(1 - \frac{f_{sc}}{f_{sc|eut.}} \right) \quad (5.26)$$

$$[f_{sc|eut.} \leq f_{sc} < 1] \quad m_{eut.} \cong m_{sol.} \quad (5.27)$$

$m_{sol.}$, $m_{liq.}$, $m_{eut.}$ は高温固相状態, 液相状態, 共晶凝固過程における m 値をそれぞれ示している. $f_{sc|eut.}$ は共晶凝固開始時の固相結合率である. 固相同士の結合が増加する領域における m 値は, f_{sc} を変数とした $m_{sol.}$ 値と $m_{liq.}$ 値の複合則で表現されることが, **Eq. (5.26)** に示されている.

る。Fig. 5.10 を見ると、 m 値が約 0.5 より大きくなる (n_{eff} 値が約 2.0 より小さくなる) と本研究および Takatori らの解析値が実験値および Eq. (5.26) の実線よりも小さくなることがわかる。 m 値はその値が大きくなるほど、同一応力状態におけるひずみ速度が大きいことを意味する。そのため、解析値が実験値よりも小さい領域では、解析上の組織モデルが実組織よりも粘性変形しにくいことが示唆される。本研究および Takatori ら[2]の解析では、組織モデルに Euler 要素を割り当てている。その Euler 解析で再現可能な材料界面(本研究においては固相同士の界面)の接触挙動は固着挙動のみである。そのため、固相同士の界面におけるすべりをモデル化することができない。従来報告より、固相率および固相结合率が低下するにつれて、変形機構が

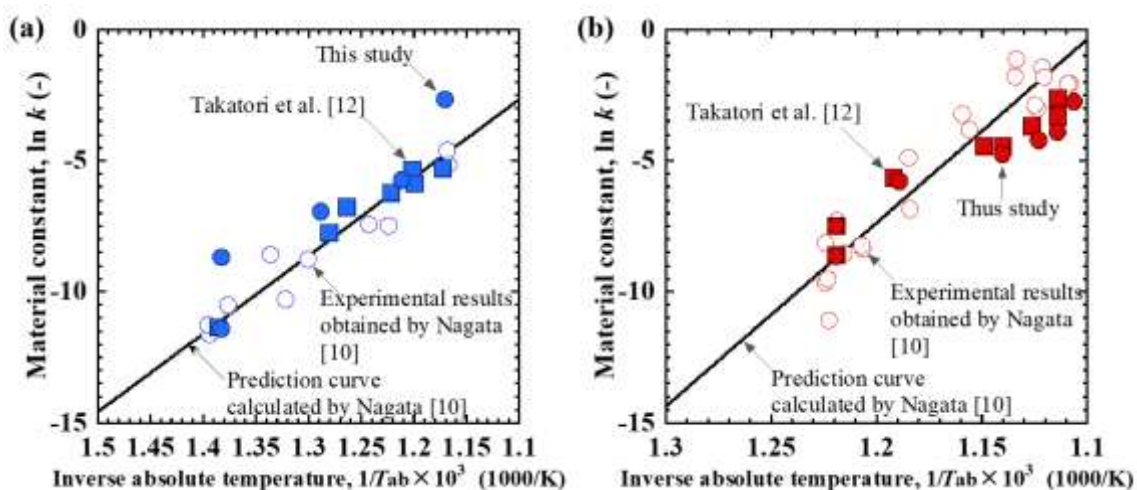


Fig. 5.9 Inverse absolute temperature dependences of the $\ln k$ -value obtained from analyses and experiments for (a)Al-5mass%Mg alloy and (b)Al-2mass%Cu alloy.

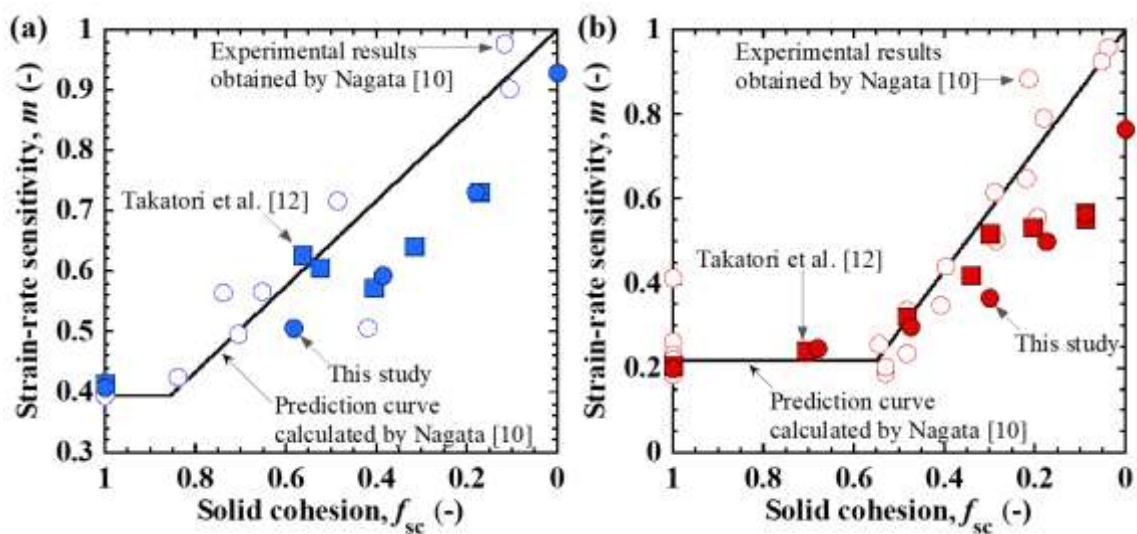


Fig. 5.10 Solid cohesion dependences of the m -value obtained from analyses and experiments for (a)Al-5mass%Mg alloy and (b)Al-2mass%Cu alloy.

高温固体状態の変形から粒界すべりや液膜潤滑滑りへ遷移することが報告されている [10,22,23]. Takai ら[22]は半凝固状態の Al-Mg 系合金の n_{eff} 値が 2.0 ($m = 0.5$)となる時, 合金全体の変形に対する粒界すべりの寄与が高くことを実験的に示している. Fig. 5.10 において解析値が実験値を下回り始めるときの m 値が約 0.5 であることを鑑みると, 本研究および Takatori らの解析モデルが実組織に比べて粘性変形しにくい理由は, 固相の粒界すべりや液膜潤滑すべりをモデルが表現できていないためだと考えられる. したがって, 本手法は全体の変形に対する粒界すべりの寄与が大きくなるほど, 解析で得られる m 値が実験値より低くなることが示唆された. 一方で, 粒界すべりの寄与が相対的に小さい領域においては m 値を精度良く予測できる可能性が示された.

5.5 結言

実験を行わずして種々アルミニウム合金の半凝固状態における粘性特性 (Noroton 則における $n_{\text{eff}} (= 1/m)$ 値と k 値)を予測する手法の開発を目的とした. そのために合金系を超越した支配因子である固相結合を主因子とした数理的な組織モデリング手法を構築した. この手法は Campbell 数理モデルに基づいており, 固液界面の二面角 θ が既知ならば, 任意の合金系の半凝固状態における等軸組織を模擬することができる. 本研究では微細等軸晶を持つ Al-5mass%Mg 合金 ($\theta = 39^\circ$)と Al-2mass%Cu 合金 ($\theta = 12.5^\circ$)を解析対象とした. 本手法で予測された粘性特性は, 実組織に基づいたモデルで予測された Takatori らの解析値と実験値と比較検討した. その結果を下記にまとめる.

- (1) 本手法と Takatori らの解析結果の比較より, 解析モデルが粘性特性の予測結果に及ぼす影響を調査した. 調査の結果, 固相結合を考慮した本手法の解析値は実組織に基づく Takatori らの手法による値とほとんど一致することが明らかになった. このことから, 半凝固状態の力学特性を有限要素法で予測する際には, モデルに対して固相結合率を考慮する必要があることが示唆された.
- (2) 本手法の解析値と実験値の比較より, 本手法の有効性を検討した. $0.5 < m < 1.0$ において, 本手法および実組織に基づく手法の予測値が実験値より下回ることが明らかになった. これは, 解析において材料界面のすべり変形をモデル化できないため, 実際の半凝固組織の組織に比べて解析モデルが粘性変形しにくいためであると考えられる. 固相結合率が相対的に高い領域 (固相の粒界すべりが生じにくい領域)においては, 粘性特性を精度良く予測できる可能性が示された.

参考文献

- [1] A. Matsushita, H. Mizuno, T. Okane, and M. Yoshida, Image-based modeling of viscoelastic properties of solidifying Al alloys and model validation, *J. Mater. Process. Technol.*, 263 (2019), 321-329. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.08.012>.
- [2] N. Takatori, M. Amano, R. Miyachi, Y. Nagata, M. K. Faiz, and M. Yoshida, Viscosity properties prediction of semi-solid aluminum alloys using finite element analysis based on quenched solidified structure, and experimental validation, *Mater. Trans.*, 61 (2020), 2371 - 2377. <https://doi.org/10.2320/matertrans.L-M2020855>.
- [3] J. Campbell, Dihedral angle and the equilibrium morphology of grain boundary phases, *Metallography* (1971) 269-278. [https://doi.org/10.1016/0026-0800\(71\)90018-8](https://doi.org/10.1016/0026-0800(71)90018-8).
- [4] P. J. Wray, The geometry of two-phase aggregates in which the shape of the second phase is determined by its dihedral Angle, *Acta Mater.*, 24 (1976), 125-135.
- [5] J. C. Borland, Generalized theory of super-solidus cracking in welds (and castings), *Br. Weld. J.* 7 (1960) 508–512.
- [6] K. Nakata, F. Matsuda, Evaluations of ductility characteristics and cracking susceptibility of Al alloys during welding, *Trans. of JWRI* 24 (1995) 83–94.
- [7] D. Lahaie, M. Bouchard, Physical modeling of the deformation mechanisms of semisolid bodies and a mechanical criterion for hot tearing, *Metal. Mater. Trans. B*, 32 (2001), 697-705. <https://doi.org/10.1007/s11663-001-0124-5>.
- [8] D. Larouche, J. Langlais, W. Wu, M. Bouchrad, A constitutive model for the tensile deformation of a binary aluminum alloy at high fractions of solid, *Metal. Mater. Trans. B*, 37 (2006), 431-443. <https://doi.org/10.1007/s11663-006-0028-5>.
- [9] V. Mathier, A. Jacot, M. Rappaz, Coalescence of equiaxed grains during solidification, *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, 12 (2004), 479-490. <https://doi.org/10.1088/0965-0393/12/3/009>.
- [10] S. Vernède, P. Jarry, M. Rappaz, A granular model of equiaxed mushy zones: Formation of a coherent solid and localization of feeding, *Acta Mater.*, 54 (2006), 4023-4034. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.04.035>.
- [11] S. Vernède, M. Rappaz, A simple and efficient model for mesoscale solidification simulation of globular grain structures, *Acta Mater.*, 55 (2007), 1703-1710.

<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.10.031>.

- [12] A. B. Phillion, S. L. Cockcroft, P. D. Lee, Predicting the constitutive behavior of semi-solids via a direct finite element simulation: application to AA5182, *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, 17 (2009), 055011. <https://doi.org/10.1088/0965-0393/17/5/055011>.
- [13] A. B. Phillion, S. Vernède, M. Rappaz, S. L. Cockcroft, P. D. Lee, Prediction of solidification behaviour via microstructure models based on granular structures, *Int. J. Cast Met. Res.*, 22 (2009), 1-5. <https://doi.org/10.1179/136404609X367849>.
- [14] S. Vernède, J. A. Dantzig, M. Rappaz, A mesoscale granular model for the mechanical behavior of alloys during solidification, *Acta Mater.*, 57 (2009), 1554–1569. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.12.006>.
- [15] Z. Sun, M. Bernacki, R. Logè, G. Guo, Numerical simulation of mechanical deformation of semi-solid material using a level-set based finite element method, *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, 25 (2017), 065020. <https://doi.org/10.1088/1361-651X/aa788e>.
- [16] M. Sistaninia, A. B. Phillion, J. -M. Drezet, M. Rappaz, Simulation of semi-solid material mechanical behavior using a combined discrete/finite element method, *Metal. Mater. Trans. A*, 42 (2011), 239-248. <https://doi.org/10.1007/s11661-010-0491-0>.
- [17] M. Sistaninia, A. B. Phillion, J. -M. Drezet, M. Rappaz, A 3-D coupled hydromechanical granular model for simulating the constitutive behavior of metallic alloys during solidification, *Acta Mater.*, 60 (2012), 6793–6803. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2012.08.057>.
- [18] M. Sistaninia, S. Terzi, A. B. Phillion, J. -M. Drezet, M. Rappaz, 3-D granular modeling and in situ X-ray tomographic imaging: A comparative study of hot tearing formation and semi-solid deformation in Al–Cu alloys, *Acta Mater.*, 61 (2013), 3831–3841. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2013.03.021>.
- [19] L. Li, R. Zhang, Q. Yuan, S. Huang, H. Jiang, An integrated approach to study the hot tearing behavior by coupling the microscale phase field model and macroscale casting simulations, *J. Mater. Process. Technol.*, 310 (2022), 117782. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2022.117782>.
- [20] L. Li, R. Zhang, X. Wu, Z. Gu, C. Wang, H. Jiang, Constitutive behavior predictions of mushy zone during solidification by phase field model and coupled Eulerian–Lagrangian

method, *Comput. Mater. Sci.*, 201 (2022), 110901.

<https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2021.110901>.

- [21] A. Matsushita, R. Takai, H. Ezaki, T. Okane, M. Yoshida, A new theoretical approach based on the maxwell model to obtain rheological properties of solidifying alloys and its validation, *Metall. Mater. Trans. A* 48 (2017) 1701–1707. <https://doi.org/10.1007/s11661-017-3998-9>.
- [22] R. Takai, S. Kimura, R. Kashiuchi, H. Kotaki, M. Yoshida, Grain refinement effects on the strain rate sensitivity and grain boundary sliding in partially solidified Al–5wt%Mg alloy, *Mater. Sci. Eng. A* 667 (2016) 417–425. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.05.023>.
- [23] H. Iwasaki, T. Mori, M. Mabuchi, K. Higashi, Shear deformation behavior of Al–5%Mg in a semi-solid state, *Acta mater.* 46 (1998) 6351–6360. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00330-9](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00330-9).

第 6 章 金属間化合物相を考慮した固相结合が Al-Mn-Cu 系合金の 半凝固状態における力学特性および凝固割れ感受性に及ぼす影響

6.1 緒言

第 2 章で示したように, 商用合金のほとんどは, 要求される機械的性質を満足させるために, 様々な合金元素が添加されている. しかしながら, 初晶 α 相の晶出前後に金属間化合物相 (以下, IMC 相と称す) が粒界で晶出するような合金元素添加がしばしば行われる. 特に Fe 元素は α -Al 固溶体に対する固溶限が小さいため, 種々のアルミニウム合金において Fe-rich IMC 相を晶出させる. かつ, リサイクル材から再生地金を精錬する際に侵入しやすい合金元素として知られている. そのため, 凝固過程に晶出する Fe-rich IMC 相が凝固割れ感受性および半凝固状態の力学特性に及ぼす影響を解明することが望まれている.

2.3.5 項の従来文献レビューより, Fe-rich IMC 相を晶出するアルミニウム合金の凝固割れ感受性および半凝固状態における引張特性は, Fe-rich IMC 相による初晶 α 相間の結合促進に支配されている可能性が推察された. しかしながら, 従来までに凝固過程における Fe-rich IMC 相による固相结合状態の変化を定量的に調査する報告は皆無である. また凝固割れ感受性および半凝固状態の引張特性と IMC 相を考慮した固相结合率の関係も調査されていない.

凝固過程における固相同士の結合率 f_{sc} は下記のように定義することができる.

$$f_{sc} \equiv \frac{A_{\text{contact GB}}}{A_{\text{total GB}}} \quad (6.1)$$

$A_{\text{total GB}}$ は結晶粒の全面積である. $A_{\text{contact GB}}$ は固相同士が接触する粒界の面積である. 従来までに初晶 α 相同士の結合率 $f_{sc \alpha/\alpha}$ を幾何学的に決定するモデルが提案されている[1,2];

$$f_{sc \alpha/\alpha} \equiv \frac{A_{\alpha/\alpha}}{A_{\text{total GB}}} \quad (6.2)$$

$$f_{sc \alpha/\alpha} = 1 - f_{LGB \alpha/L} = f(f_{s \alpha-Al}, \theta)$$

$f_{LGB \alpha/L}$ は初晶 α 相と液相が接触する粒界の面積率である. $A_{\alpha/\alpha}$ は初晶 α 相同士が接触する粒界の面積である. $f_{s \alpha-Al}$ は初晶 α 相の体積率である. θ は固/液界面の二面角[3,4]である. 従来報告より, 異なる 2 元系 Al 合金の半凝固状態における引張特性の温度(固相率)依存性は

Campbell の固相結合率 $f_{sc \text{ Campbell}}$ [1]によって一致することが実験的に示唆されている[5,6]. しかしながら, 従来の幾何学モデル[1,2]は半凝固状態の組織は固相と液相の2相で構成されることを仮定している(Fig. 6.1(a)). IMC相が晶出する合金の組織は Fig. 6.1(b)に示すように2相ではない. したがって, 既存の2相モデル[1,2]がIMC相による固相結合の促進を表現できるのか疑問が残る.

本研究では, Fe-rich IMC相による固相結合の促進が凝固割れ感受性および半凝固状態における引張特性に及ぼす影響を明らかにする. そのために下記の2点を調査する.

- 1) Fe-rich IMC相の晶出量を変量した2種のAl-Mn系合金に対して凝固割れ感受性と半凝固状態の引張特性を実験的に取得する. Fe-rich IMC相の晶出量が凝固割れ感受性と半凝固状態における引張特性に及ぼす影響を明らかにする.
- 2) Campbellモデルにより算出した固相結合率 $f_{sc \text{ Campbell}}$ と本研究で開発するIMC相による初晶 α 相同士の間隔を考慮した固相結合率 $f_{sc \text{ IMC}}$ を実験的に取得する. 半凝固状態の引張特性と $f_{sc \text{ Campbell}}$ および $f_{sc \text{ IMC}}$ の関係を調査することで, Fe-rich IMC相が凝固割れ感受性および半凝固状態の引張特性に及ぼす影響を明らかにする.

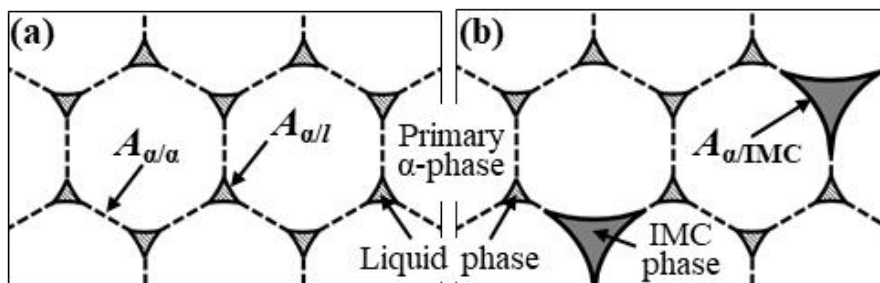


Fig. 6.1 Schematic diagrams of solidification microstructure: (a) two-phase model, (b) solidified microstructure with IMC phases

6.2 実験方法

6.2.1 合金組成と溶解工程

Al-1.15Mn-1.0Cu-0.5Si系合金にそれぞれ0.15%, 0.4%のFeを添加した組成を供試材料とした(以下, Al-Mn-Cu-0.15Fe, Al-Mn-Cu-0.4Feとそれぞれ称す). 各材料を黒鉛るつぼに入れ, アルゴンガス(濃度99.999%, 露点温度-65°C)雰囲気電気炉内で750°Cで加熱溶解した. 1回の溶湯量は約2.0kgである. 酸化物, 介在物を除去するために, 非Na系フラック

スを溶湯重量の 0.2 % 添加した。その後、脱ガスのためにヘキサフルオロホウ酸を溶湯重量の 0.5 % 添加した。ドロスを除去した後に、各組成に対して Al-5mass%Ti-1mass%B 合金ワイヤーを添加することで、等軸晶を形成させた。Ti を 0.05mass%, B を 0.01mass% となるように添加している。Table 6.1 に組成の分析値を示す。なお、各組成の結晶粒径に差がほとんどないことは確認されている (Al-Mn-Cu-0.15Fe では 144 μm , Al-Mn-Cu-0.4Fe では 148 μm)。

熱物性計算ソフト (JMatPro-v12.0: ThermoTech, Ltd.) で算出した 2 合金の凝固プロセスを Fig. 6.2 に示す。凝固計算は Scheil-Gulliver の非平衡凝固モデルを用いている。Fig. 6.2 より、Fe 量に関わらず固相線温度は 524.5 $^{\circ}\text{C}$ 、液相線温度は 652.5 $^{\circ}\text{C}$ である。Figs. 6.2(c), (d) を比較すると、Fe を 0.15 % から 0.4 % へ増加させると $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$ 相の体積率が約 2.5 倍に増加することがわかる。また 0.4 % Fe では $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ 相と $\alpha\text{-Al}(\text{Mn,Fe})\text{Si}$ 相が約 0.1 % 程度晶出することがわかる。AlMnFeSi 系 IMC 相の晶出量は、Fe 量に依らず、ほとんど変化しない。

Table 6.1 Alloy compositions (mass%).

Alloy	Si	Fe	Cu	Mn	Ti	B	Al
Al-Mn-Cu-0.15Fe	0.5	0.14	0.97	1.17	0.05	0.01	Bal.
Al-Mn-Cu-0.4Fe	0.48	0.37	0.98	1.16	0.05	0.01	Bal.

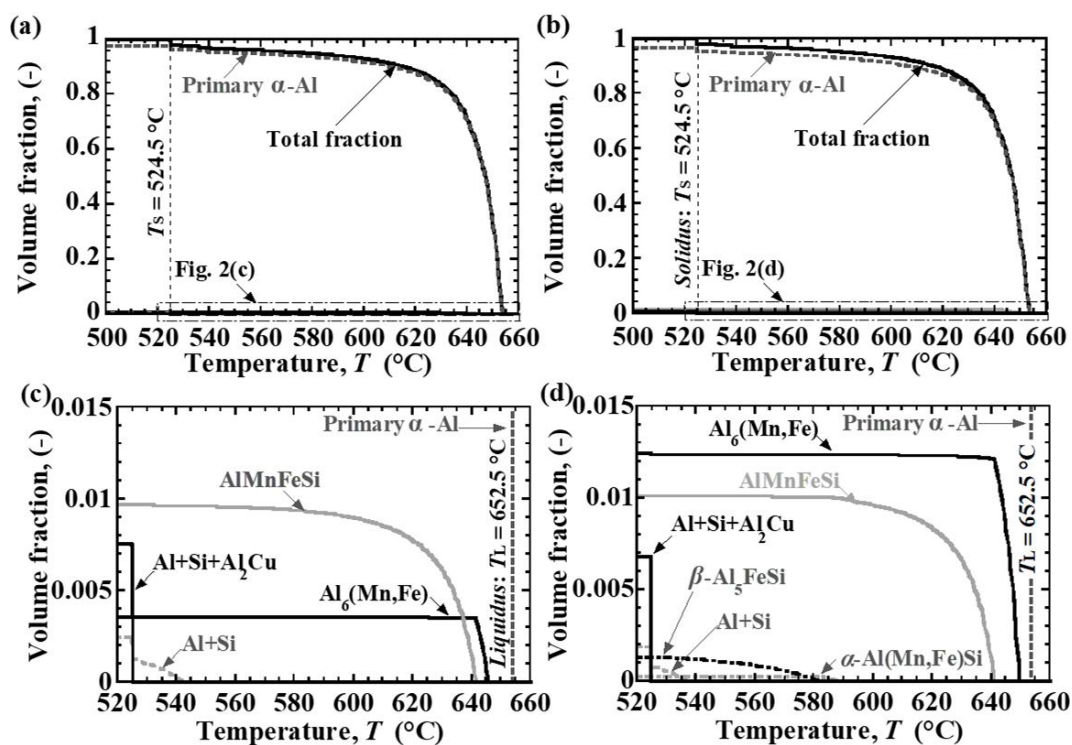


Fig. 6.2 Phase fraction of (a) Al-Mn-Cu-0.15Fe alloy and (b) Al-Mn-Cu-0.4Fe alloy under the Scheil-Gulliver's condition. (c) and (d) shows an enlarged view of (a) and (b), respectively.

6.2.2 I-beam 鋳型重力鋳造による凝固割れ感受性の測定

Fig. 6.3 に示す I-beam 鋳型[7,8]を用いて, Fe 量の増加が凝固割れ感受性に及ぼす影響を調査した. 試験片中央部を最終凝固部とするために, 鋳型の中央に幅 14 mm, 厚さ 1 mm のペーパー状断熱材(TOMBO No.5130: ニチアス(株))を貼付している. 凝固割れ感受性の定量化は下記に示す Kimura ら[8]の方法を用いた.

$$HTS[\%] = (L_{\text{crack}}/L_{\text{total}}) \times 100 \quad (6.3)$$

HTSは凝固割れ感受性, L_{crack} は最終凝固部に生じる凝固割れ長さ, L_{total} は試験片最終凝固部の全周長さである. Table 6.1 に示す各組成に対して6回実施した. 注湯温度は $720 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$, 金型温度は $200 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ である.

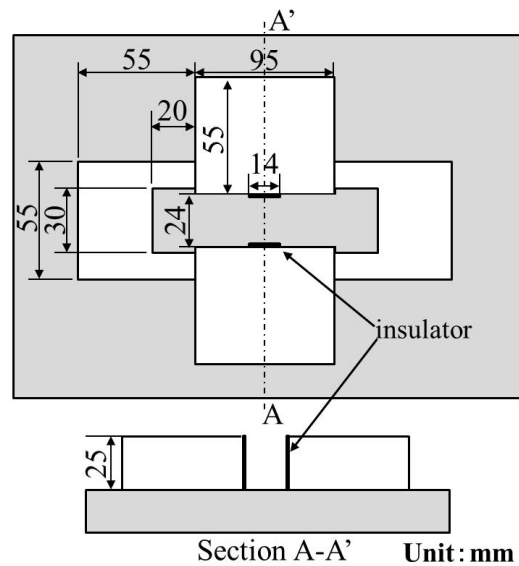


Fig. 6.3 Dimensions of I-beam test mold.

6.2.3 半凝固状態における引張試験

半凝固状態の力学特性が取得可能な引張試験装置を用いた。Fig. 6.4 に引張試験片の模式図を示す。引張試験方法および試験方法は従来報告[5,6,9-11]と同様である。以下に試験方法の概要を記す。

- 1) キャビティに溶湯を注ぎ、試験片を凝固させる。
- 2) 最終凝固部の温度が試験温度に達した際に、電動サーボシリンダによって半凝固状態の試験片に引張荷重を負荷する。引張荷重はロードセルにより連続的に測定されている。
- 3) 引張と同時に高速度ビデオカメラを用いて引張変形の様子を撮影する。引張変形の撮影は引張荷重と同期している。

試験片表面にはデンドライトが観察される。破断部を挟むように 2 つのデンドライトをマーカーとして選び、その 2 点の変位をひずみの算出に用いた。試験片の引張変形は体積一定則に従うと仮定して、真応力と真ひずみを下記の式より算出した[5,6,9-11]。

$$\sigma_{\text{true}} = \frac{F}{A_0} (1 + \varepsilon_{\text{nominal}}) \quad (6.4)$$

$$\varepsilon_{\text{true}} = \ln(1 + \varepsilon_{\text{nominal}}) \quad (6.5)$$

$$\varepsilon_{\text{nominal}} = \frac{l - l_0}{l_0} \quad (6.6)$$

ここで、 σ_{true} は真応力、 $\varepsilon_{\text{true}}$ は真歪、 $\varepsilon_{\text{nominal}}$ は公称歪、 F は引張荷重、 A_0 は試験片の初期断面積、 l はマーカーとして選択した鋳物表面に現れた 2 つのデンドライト間のゲージ長さ、 l_0 は l の初期ゲージ長さである ($l_0 = 5 \text{ mm}$)。本研究では半凝固状態である $T = 520 \sim 640 \text{ }^\circ\text{C}$ において引張試験を行った。引張速度は 0.1 mm/s 、注湯温度は $720 \text{ }^\circ\text{C}$ である。本研究における引張強度は Eqs. (6.4)-(6.6) で算出される真応力-真ひずみ曲線の最大真応力と定義している。また、伸び値は最大真応力時のひずみと定義している。

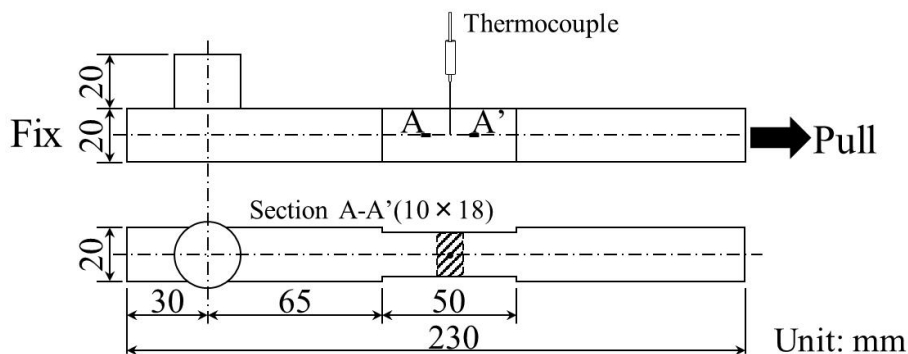


Fig. 6.4 Dimensions of the tensile test specimen.

6.2.4 固相結合率の測定方法

6.2.4.1 Campbell の固相結合モデル

従来までに提案された幾何学的に固相結合率を決定する手法として Campbell モデル[1]を採用した。下記に算出式を示す。

$$f_{sc \text{ Campbell}} = 1 - f_{LGB \text{ Campbell}} = 1 - 2.64 \left(\frac{1 - f_s}{k} \right)^{0.5} \quad (6.7)$$

$$k = \sqrt{3} + \frac{3}{\tan(30 - \theta/2)} - \left(\frac{30 - \theta/2}{60} \right) \frac{\pi}{\sin^2(30 - \theta/2)} \quad (6.8)$$

ここで $f_{sc \text{ Campbell}}$, $f_{LGB \text{ Campbell}}$ はそれぞれ Campbell モデルで算出された f_{sc} と f_{LGB} である。固相率 f_s は **Figs. 6.2(a), (b)**において算出した全固相率の温度依存性を用いた。各組成の二面角 θ は、従前の報告[4-6]と同様に、凝固末期に晶出する共晶生成物から測定した。

6.2.4.2 金属間化合物相を考慮した固相結合モデル

凝固過程に粒界で晶出する Fe-rich IMC 相が引張荷重を負担するならば、固相結合率は下記のように初晶 α 相と Fe-rich IMC 相の界面 $A_{\alpha/IMC}$ (**Fig. 6.1(b)**)を考慮しなければならないはずである；

$$f_{sc \text{ IMC}} = \frac{A_{\alpha/\alpha} + A_{\alpha/IMC}}{A_{\alpha/\alpha} + A_{\alpha/l} + A_{\alpha/IMC}} \quad (6.9)$$

ここで $f_{sc \text{ IMC}}$ は Fe-rich IMC 相による固相結合の促進を考慮した f_{sc} である。 $A_{\alpha/\alpha}$ は初晶 α 相同士の間界面、 $A_{\alpha/l}$ は初晶 α 相と液相の間界面である。従来モデルと異なる点は、**Eq. (6.1)**における荷重負担を表現する界面 $A_{\text{contact GB}}$ に初晶 α 相と IMC 相の間界面 $A_{\alpha/IMC}$ を考慮した点である。これにより、凝固過程に晶出する Fe-rich IMC 相による固相結合の促進が半凝固状態における力学特性に影響を及ぼすことを考慮している。

本研究では、**Eq. (6.9)**の $f_{sc \text{ IMC}}$ を水冷した半凝固状態の組織から算出した。以下に測定フローを示す。

【Step 1: 水冷による半凝固状態の組織の取得】

任意の温度で半凝固状態の合金を水冷することでその温度における組織を取得した。本研究においては、**6.2.3 節**と同条件で铸造した半凝固状態の引張試験片を水冷している。水冷した試験片を熱電対の先端付近 (**Fig. 6.4** の点線 A-A') で切断し、鏡面研磨した。研磨された断面 A-A'内の熱電対近傍の組織 (**Fig. 6.5(a)**)を EPMA により観察した。

【Step 2: EPMA による組織観察】

EPMA (JXA-8230: JEOL Ltd.)により面分析および点分析を行った。加速電圧は 15.0 kV, 照射電流は 20 nA である。Figs. 6.5(c), (d)にそれぞれ Cu と Fe の濃度マッピングを示す。本供試材料においては, Fig. 6.2 より, Cu の濃化部は液相, Fe の濃化部は Fe-rich IMC 相と予想することができる。各濃化部の点分析結果と Scheil-Guliver の非平衡凝固モデル計算の結果より, 凝固組織内の晶出相を同定した。なお, Fig. 6.2 における β -Al₅FeSi 相, Al₆(Mn,Fe)相, AlMnFeSi相, α -Al(Mn,Fe)Si相をそれぞれ点分析で判別することは困難であった。そのため, 本研究では上記の Fe 系 IMC 相をひとまとめに Fe-rich IMC 相とみなした。

【Step 3: IMC 相を考慮した固相結合率 f_{sc_IMC} の算出】

画像解析ソフト(Image pro® Premier J 9.2: Media Cybernetics)を用いて初晶 α 相と各相の界面を区別した(Fig. 6.5(b))。本研究では 2D 画像解析であるため, 下記のように各界面の長さ L から f_{sc_IMC} を決定する方法を用いた;

$$f_{sc_IMC} = \frac{L_{\alpha/\alpha} + L_{\alpha/IMC}}{L_{\alpha/\alpha} + L_{\alpha/l} + L_{\alpha/IMC}} \quad (6.10)$$

$L_{\alpha/\alpha}$ は初晶 α 相同士の界面の長さ, $L_{\alpha/l}$ は初晶 α 相と液相との界面の長さ, $L_{\alpha/IMC}$ は初晶 α 相と Fe-rich IMC 相との界面の長さである。画像解析ソフトにより各界面の長さを測定した。それらを Eq. (6.10)に代入することで, Fe-rich IMC 相を考慮した固相結合率 f_{sc_IMC} が決定される。本研究では, 各組成の f_{sc_IMC} を 540 °C, 585 °C, 600 °C, 620 °C, 640 °Cで調査した。各温度における f_{sc_IMC} の測定面積は 1200×1200 μm^2 である。

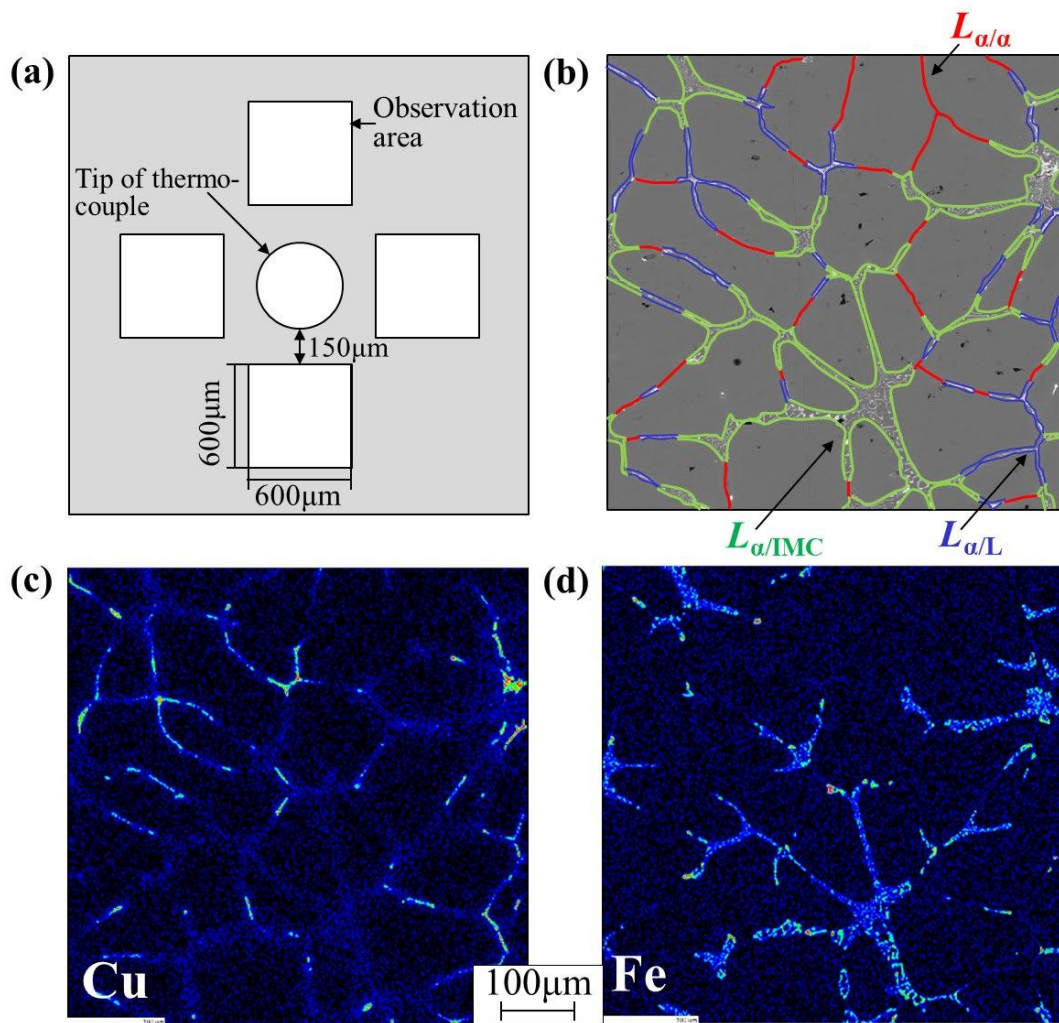


Fig. 6.5 Flowchart of measuring the $f_{\text{sc IMC}}$; (a) observation area, (b) Microstructure of Al-Mn-Cu-0.4Fe alloy quenched at $600\text{ }^\circ\text{C}$, and elemental mapping results showed (c) Cu, and (d) Fe.

6.3 実験結果

6.3.1 Fe 量が凝固割れ感受性に及ぼす影響

Fig. 6.6 に Fe 量と Al-Mn-Cu 系合金の凝固割れ感受性の関係を示す。グレーのプロットは平均であり、数値は平均値を示している。Fig. 6.6 より、Fe の増加に伴って Al-Mn-Cu 系合金の凝固割れ感受性が低減することが示された。各組成の I-beam 試験片の破面を Fig. 6.7 に示す。どちらの組成においてデンドライトが観察されるため、凝固割れであることが確認される。また破面に Fe-rich IMC 相があり、一部の Fe-rich IMC 相は引張荷重により破断していることが確認された。破面の Fe-rich IMC 相は Al-Mn-Cu-0.4Fe 合金の方が Al-Mn-Cu-0.15Fe 合金に比べて定性的に多い。

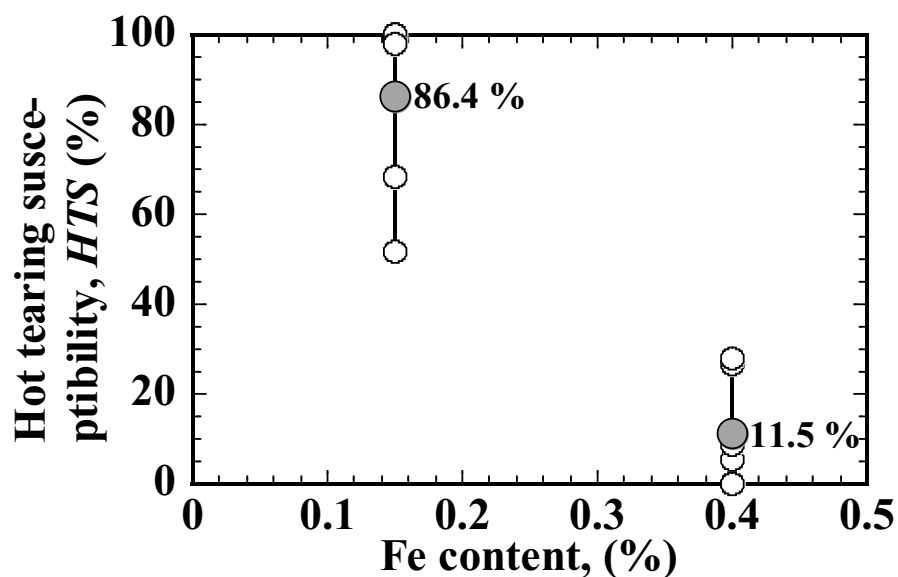


Fig. 6.6 Effect of Fe content on hot tearing susceptibility of Al-Mn-Cu based alloy.

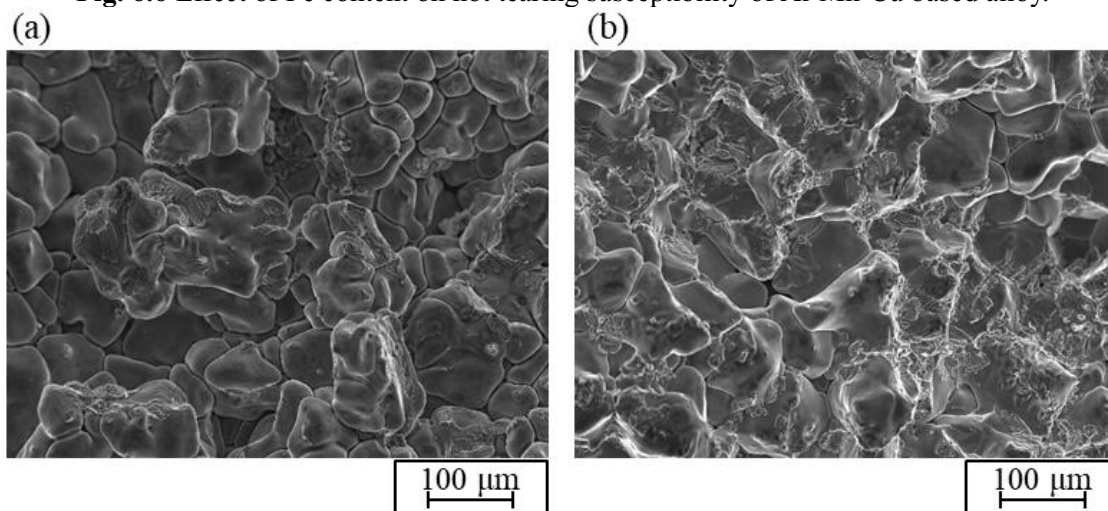


Fig. 6.7 Fracture surfaces after I-beam tests for (a) Al-Mn-Cu-0.15Fe, (b) Al-Mn-Cu-0.4Fe.

6.3.2 Fe 量が半凝固状態の最大真応力と伸び値に及ぼす影響

Fig. 6.8(a)および(b)に Fe 量を変量した Al-Mn-Cu 系合金の半凝固状態における引張強度および伸び値の温度依存性 ($\sigma_{\max}=f(T)$, $\varepsilon_{\max}=g(T)$)をそれぞれ示す. 半凝固状態の引張強度は Fe 量の増加に伴って大きくなることわかる. 一方で伸び値は Fe 量の増加に伴う変化が見られず, どちらも脆性的であることがわかる. Fig. 6.9 に各組成の引張試験片の破面を示す. I-beam 試験と同様に, 破面には引張荷重により破断した Fe-rich IMC 相が確認された. また破面の Fe-rich IMC 相は, Al-Mn-Cu-0.4Fe 合金の方が Al-Mn-Cu-0.15Fe 合金に比べて多いことが定性的にわかる.

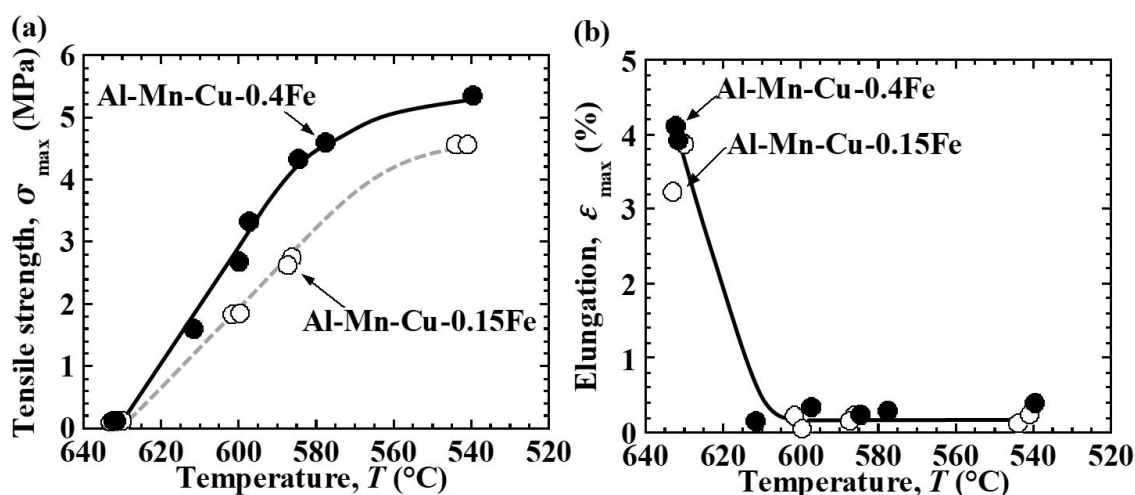


Fig. 6.8 Temperature dependence of mechanical properties during partial solidification for two alloys: (a)tensile strength, (b)Elongation.

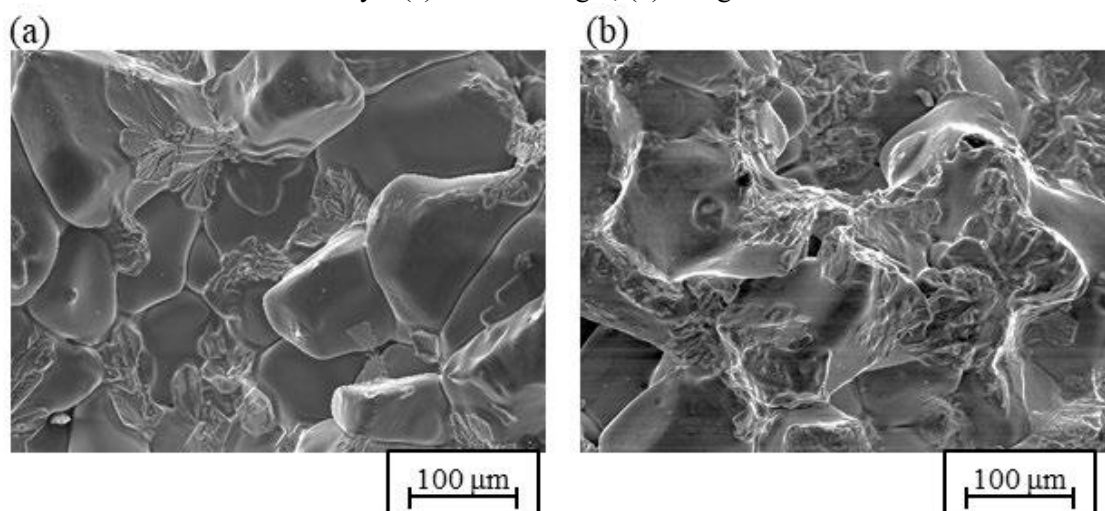


Fig. 6.9 Fracture surfaces after tensile tests at 600 °C for (a) Al-Mn-Cu-0.15Fe, (b)Al-Mn-Cu-0.4Fe.

6.3.3 固相結合率

二面角を測定した結果, Al-Mn-Cu-0.15Fe 合金と Al-Mn-Cu-0.5Fe 合金の二面角は等しく, $\theta = 10^\circ$ であった. Fig. 6.2 より, どちらの組成も凝固末期に二元共晶反応 ($L \rightarrow \alpha\text{-Al} + \text{Si}$) と三元共晶反応 ($L \rightarrow \alpha\text{-Al} + \text{Si} + \text{Al}_2\text{Cu}$) が生じることがわかる. Fe 量により凝固末期の共晶生成物に変化しないため, Fe 量により二面角が変化しないと理解できる. 従来研究より, Al-Si 系および Al-Cu 系合金の二面角はどちらも 12° [4,12,13] と報告されており, 本研究の実測値は文献値と一致する結果が得られた.

Eqs. (6.7), (6.8)より算出した Campbell モデルの固相結合率 $f_{sc \text{ Campbell}}$ を Fig. 6.10 に示す. Fe 量に依らず, 約 620°C から固相同士が結合しはじめる ($f_{sc \text{ Campbell}} > 0$) ことがわかる. また $f_{sc \text{ Campbell}}$ の温度依存性は Fe 量に依らずほとんど変化しない. IMC 相を考慮した固相結合率 $f_{sc \text{ IMC}}$ の温度依存性を Fig. 6.10 に示す. $f_{sc \text{ IMC}}$ の方が $f_{sc \text{ Campbell}}$ よりも全体的に固相結合率が高いことがわかる. 2 組成の $f_{sc \text{ IMC}}$ の温度依存性を見ると, どちらの組成も 640°C ですでに固相同士は結合しており, $f_{sc \text{ IMC}} \approx 0.2$ であった. Fig. 6.2 を見ると, どちらの組成も 640°C までに $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$ 相の晶出はほぼ完了している. このことから, 本研究で提案した $f_{sc \text{ IMC}}$ は粒界に晶出した Fe-rich IMC 相と初晶 α 相の結合を考慮するために, $f_{sc \text{ Campbell}}$ よりも固相同士が結合し始める温度が高くなることが示唆される.

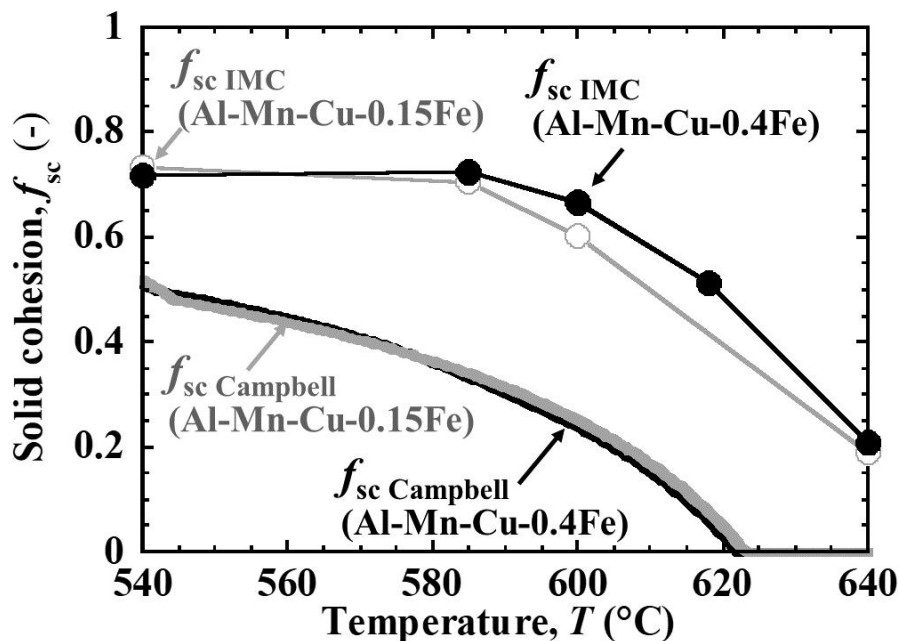


Fig. 6.10 Temperature dependences of solid cohesion.

6.4 考察

6.4.1 Fe 量により半凝固状態の引張強度が異なる支配因子

Figs. 6.8, 6.9 より, 粒界に晶出する Fe-rich IMC 相が初晶 α 相との結合を促進することで半凝固状態の引張強度が向上することが示唆された. このことから, Fe 量の異なる合金の引張強度 σ_{\max} は粒界に晶出する Fe-rich IMC 相を考慮した固相结合率によって互いに一致することが考えられるが, それらの関係は従来までに調査されていない. Fe 量により半凝固状態の σ_{\max} が異なる支配因子を解明するために, 6.3.3 項で取得した Campbell の固相结合率 f_{sc} Campbell および本研究で提案した IMC 相を考慮した固相结合率 $f_{sc\ IMC}$ のそれぞれと半凝固状態の σ_{\max} の関係を調査した.

Fig. 6.11(a)に Al-Mn-Cu-0.4Fe 合金と Al-Mn-Cu-0.15Fe 合金の半凝固状態における引張強度 σ_{\max} と Campbell の固相结合率 $f_{sc\ Campbell}$ の関係を示す. Fig. 6.11(a)を見ると, 2 合金における σ_{\max} の $f_{sc\ Campbell}$ 依存性 ($\sigma_{\max} = f(f_{sc\ Campbell})$) は互いに一致しない. この理由は, Fig. 6.1 に示すように, 従来の幾何学的な 2 相モデル[1,2]が粒界に晶出した IMC 相と初晶 α 相との結合を模擬できないためだと考えられる. Fig. 6.11(b)に半凝固状態の σ_{\max} と IMC 相を考慮した固相结合率 $f_{sc\ IMC}$ の関係を示す. Fig. 6.11(a)に対して, 2 合金における σ_{\max} の $f_{sc\ IMC}$ 依存性 ($\sigma_{\max} = f(f_{sc\ IMC})$) は互いに一致することがわかる. このことから, Fe 量により半凝固状態の σ_{\max} が変化する支配因子は, Fe-rich IMC 相を考慮した固相结合率 $f_{sc\ IMC}$ であることが実験的に明らかになった. 本研究で提案した IMC 相を考慮した固相结合率 $f_{sc\ IMC}$ (Eq. (6.9)) を用いれば, Fe 量の異なるアルミニウム合金の半凝固状態における力学挙動を予測できると考えられる.

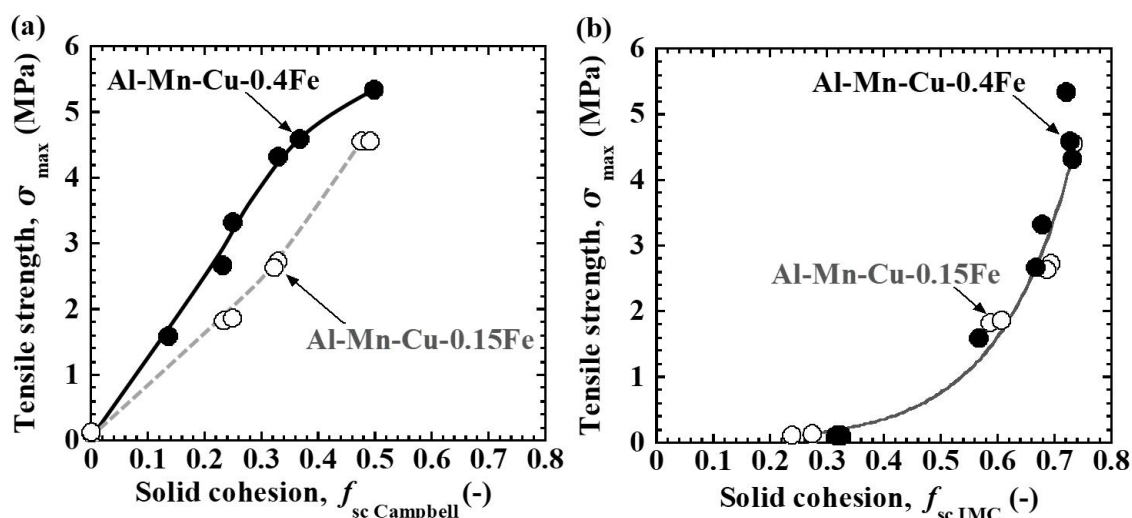


Fig. 6.11 Solid cohesion dependence of tensile strength for two alloys: (a) Campbell's model, (b) IMC phase consideration model.

6.4.2 凝固割れ感受性と半凝固状態の力学挙動の関係

異なるアルミニウム合金間の凝固割れ感受性を相対的に評価する指標として半凝固状態の延性曲線が知られている。この延性曲線は熱応力解析による凝固割れ予測のためのクライテリアとしてもしばしば用いられている[14-18]。本研究においても半凝固状態の延性曲線を実験的に取得した(**Fig. 6.8(b)**)。 **Fig. 6.6** に示す凝固割れ感受性との関係を調査した結果、Fe 量の増加により Al-Mn-Cu 系合金の凝固割れ感受性は低減するにも関わらず、半凝固状態の延性曲線はほとんど変化しないことがわかった。すなわち、本研究における Fe 変量による凝固割れ感受性の変化は半凝固状態の延性曲線で相対的に評価できない。これに対して **Fig. 6.8(a)**を見ると、半凝固状態の引張強度は Fe 量の増加に伴って向上することが実験的に明らかになった。以上のことから、脆性的な合金であっても半凝固状態の引張強度が高くなれば凝固割れ感受性は低くなりうることが示唆された。本研究の Al-Mn-Cu 系合金においては、粒界に晶出する Fe-rich IMC 相の増加により固相结合が促進することで半凝固状態の引張強度が向上することがわかった。このことから、凝固割れ感受性の低い合金の設計指針として、「凝固過程における固相结合を促進させる合金元素を添加して、半凝固状態(特に脆性温度領域)における引張強度を増加させることで凝固割れ感受性の低減を狙う」という指針が示唆された。この指針に基づく合金元素の添加が半凝固状態の引張強度に及ぼす影響は、**Fig. 6.11(b)**のように、本研究で提案した IMC 相を考慮した固相结合率 $f_{sc\ IMC}$ により予測できると考えられる。

6.5 結言

本研究では、金属間化合物相を考慮した固相結合が Al-Mn-Cu 系合金の半凝固状態の引張特性と凝固割れ感受性に及ぼす影響を解明することを目的とした。Fe 量の異なる 2 種の Al-Mn-Cu 系合金を用いることで、Fe 量の変化が各特性に及ぼす影響を実験的に調査した。Fe 量により各特性が変化する支配因子として固相結合率に着目した。Campbell モデル $f_{sc \text{ Campbell}}$ と本研究で開発した IMC 相を考慮したモデル $f_{sc \text{ IMC}}$ により固相結合率を決定した。下記に調査結果をまとめる。

- (1) Al-Mn-Cu 系合金に対する Fe 量の増加は、半凝固状態の引張強度を向上させるため、凝固割れ感受性を低減させることが明らかになった。Fe 量増加により引張強度が向上する理由は、粒界における Fe-rich IMC 相の晶出量が増加することで固相結合が促進するためであることが示唆された。一方 Fe 変量は半凝固状態の伸びに影響を及ぼさなかった。
- (2) 固相結合率と半凝固状態の引張強度との関係を調査した。2 合金の引張強度の $f_{sc \text{ Campbell}}$ 依存性 ($\sigma_{\max} = f(f_{sc \text{ Campbell}})$) は互いに一致しなかった。この理由は、Campbell モデルが固相と液相の 2 相で構成される組織を仮定しており IMC 相による固相結合を模擬できないためだと考えられる。一方、2 合金の引張強度の $f_{sc \text{ IMC}}$ 依存性 ($\sigma_{\max} = f(f_{sc \text{ IMC}})$) は互いに一致することが明らかになった。以上より、Fe 量により半凝固状態の σ_{\max} が変化する支配因子は、Fe-rich IMC 相を考慮した固相結合率 $f_{sc \text{ IMC}}$ であることが実験的に示唆された。

上記(1), (2)より、脆性的な合金であっても、固相結合を促進させる合金元素を添加して半凝固状態の引張強度を向上させれば、凝固割れ感受性は低くなりうることが示唆された。上記の元素添加による引張強度の変化は、本研究で提案した $f_{sc \text{ IMC}}$ により予測できると考えられる。

参考文献

- [1] J. Campbell, Dihedral angle and the equilibrium morphology of grain boundary phases, *Metallography* (1971) 269-278.
- [2] P.J. Wray, The Geometry of Two-phase aggregates in which the shape of the second phase is determined by its dihedral Angle, *Acta Meter.*, 24 (1976), 125-135.
- [3] J. C. Borland, Generalized theory of super-solidus cracking in welds (and castings), *Br. Weld. J.* 7 (1960) 508–512.
- [4] K. Nakata, F. Matsuda, Evaluations of ductility characteristics and cracking susceptibility of Al alloys during welding, *Trans. of JWRI* 24 (1995) 83–94.
- [5] R. Takai, R. Hirohara, N. Endo, Y. Nagata, T. Okane, M. Yoshida, Controlling factor for maximum tensile stress and elongation of aluminum alloy during partial solidification, *Mater. Trans.* 60 (2019) 2406-2415.
- [6] Y. Nagata, R. Takai, T. Okane, M.K. Faiz, M. Yoshida, Influence of solid cohesion on viscous properties in Norton law for aluminum alloys during partial solidification, *Mater. Sci. Eng. A*, 832 (2022), 142339.
- [7] S. Oya, T. Fujii, F. Kato, and M. Ohtaki: *J. Jpn. Inst. Light Met.*, 33 (1983),705-711.
- [8] R. Kimura, H. Hatayama, K. Shinozaki, I. Murashima, J. Asada, and M. Yoshida: *J. Mater. Process. Technol.*, 209 (2009), 210-219.
- [9] R. Takai, A. Matsushita, S. Yanagida, K. Nakamura, M. Yoshida, Development of an elasto-viscoplastic constitutive equation for an Al-Mg alloy undergoing a tensile test during partial solidification, *Mater. Trans.* 56 (2015) 1233–1241.
- [10] R. Hirohara, Y. Kawada, R. Takai, M. Otaki, T. Okane, M. Yoshida, Prediction and experimental validation of cooling rate dependence of viscoplastic properties in a partially solidified state of Al–5 mass%Mg alloy, *Mater. Trans.* 58 (2017) 1299-1307. <https://doi.org/10.2320/matertrans.L-M2017823>.
- [11] R. Takai, R. Hirohara, N. Endo, Y. Nagata, T. Okane, M. Yoshida, Controlling factor for maximum tensile stress and elongation of aluminum alloy during partial solidification, *Mater. Trans.* 60 (2019) 2406-2415. <https://doi.org/10.2320/matertrans.L-M2019839>.
- [12] M. Gündüz and J. D. Hunt: *Acta Metall.*, 33 (1985), 1651–1672.
- [13] Y. Arata, F. Matsuda, K. Nakata and K. Shinozaki: *Trans. JWRI*, 6 (1977), 91–104.

- [14] II. Novikov: Goryachelomkost tsvetnykh metallov i splavov (Hot shortness of non-ferrous metals and alloys). Moscow, Nauka, 1966, 299.
- [15] B. Magnin, L. Maenner, L. Katgerman, and S. Engler: Mater. Sci. Forum 1209 (1996), 217-222.
- [16] N.N. Prokhorov: Russian Castings Production, 1962, 172.
- [17] L. Zhao, Wang N Baoyin, V. Sahajwalla, and R.D. Pehlke: Int J Cast Metals Res 13 (2000), 167.
- [18] 藤井敏男, 山本元道, 篠崎賢二, 光藤和昭: 軽金属, 63 (2013), 14-20.

第 7 章 高延性と低凝固割れ感受性を両立した自動車構造

部品用非熱処理型 Al-Mg-Mn 系ダイカスト合金の開発

7.1 車体構造部品用非熱処理型 Al-Mg 系合金の開発とダイカスト試作, 凝固割れ感受性低減メカニズムの解明

7.1.1 緒言

第 1 章で示したように, 熱処理不要で延性に優れている Al-Mg 系合金ダイカストを自動車構造部品に適用することが望まれており, Al-Mg 系ダイカスト合金の研究開発が行われている。しかしながら, 従来開発された合金のほとんどは凝固割れ感受性を低減させるために Si 量が 1.0 % 以上添加されており, 要求される延性の不足が懸念される[1]。0.2 % 程度の Si 量によって高延性を維持しつつ, かつ凝固割れ感受性を低減させた Al-Mg 系ダイカスト合金の研究報告はない。

そこで, 7.1 節では高延性と低凝固割れ感受性を両立する車体用の非熱処理 Al-Mg-Mn 系ダイカスト合金の開発を目的とする。2.5 節で示したように, 下記の 3 点について検討する。

- (i) I-beam 試験[2,3]の実施より, Al-4.5Mg-1.0Mn-0.2Si 系合金に対する Ti, B, Sr の添加および溶湯内の水素量が凝固割れ感受性に及ぼす影響を明らかにする。
- (ii) 足回り部品のロアリンクをダイカストすること[4,5]で, Al-4.5Mg-1.0Mn-0.2Si 系合金に対する Ti, B, Sr の添加が実部品の凝固割れと機械的性質に及ぼす影響を調査する。
- (iii) 半凝固状態の引張試験より, Si, Sr, Ti, B の共添加が Al-4.5Mg-1.0Mn 系合金の凝固割れ感受性を低減させるメカニズムを検討する。

7.1.2 実験方法

7.1.2.1 合金組成と鑄造工程

Table 7.1.1 に各試験に用いた合金の組成を示す。基準合金は Al-4.5Mg-1.0Mn-0.2Si 系合金である。組成名が'I'のものは I-beam 試験の組成である。以下全て狙い値として、I-1 と I-4 は基準合金である。I-2 と I-5 は基準合金に 0.08 %Ti, 0.016 %B を添加している。I-3 と I-6 は基準合金に 0.08 %Ti, 0.016 %B, 0.025 %Sr を添加している。組成名が'DC'のものはダイカスト実験の組成である。DC-1 は基準合金である。DC-2 は基準合金に 0.08 %Ti, 0.016 %B を添加している。DC-3 は基準合金に 0.08 %Ti, 0.016 %B, 0.025 %Sr を添加している。組成名が'T'のものは半凝固状態の引張試験の組成である。T-1 と T-3 は基準合金に 0.08 %Ti, 0.016 %B を添加している。T-2 と T-4 は基準合金に 0.08 %Ti, 0.016 %B, 0.025 %Sr を添加している。

新塊ベースの Al-4.5Mg-1.0Mn 系合金インゴットを Ar ガス(99.999 %, 露点温度: -65 °C) 雰囲気電気炉(炉内温度: 720 °C)で溶解した後、フラックス処理、脱ガスを行い、分析用試料を採取した。その後、各鑄造試験を行った。試験後に分析用試料を採取し、次の組成条件に成分調整した。その後は再度脱ガスから同様の工程を行った。脱ガス及び酸化物等の介在物除去を目的としたフラックス処理には非 Na 系フラックスを用いた。溶湯重量に対して約 0.2 %のフラックスを溶湯に添加した。成分および水素量分析用試料を採取した。組成分析は発光分光分析法で測定した。水素量測定について、I-beam 試験および半凝固状態の引張試験では実験前後に採取した分析試料を不活性ガス融解—熱伝導度法(LECO)で分析した。ダイカスト実験では実験前に採取した分析試料をランズレー法(真空抽出法)で分析した。なお、従来報告[6]の測定結果によると、ランズレー法による測定値の方が不活性ガス融解—熱伝導法よりも約 20 %程度高いとみられる。I-beam 試験および半凝固状態の引張試験においては、水素量を変量するために、2 種類の脱ガス方法を用いた(水素量を DGM2 よりも相対的に多くする方法を Degassing method 1 (DGM1), 少なくする方法を Degassing method 2 (DGM2) と称す)。DGM1 は、ムライトチューブを溶湯中央まで挿入した後に、チューブから Ar ガス(99.999 %, 露点温度: -65 °C)を流量 0.5 L/min で4分間に吹き込む方法である。DGM2 は、回転脱ガス方式の脱ガス処理である。黒鉛製回転翼を溶湯の中央まで挿入した後に、回転翼から Ar ガス(99.999 %, 露点温度: -65 °C)を流量 0.8 L/min で吹き込んだ。吹き込みと同時にモーターによって回転翼を 750 rpm で 20 min 間回転させることで脱ガスした。

Table 7.1.1 Alloy compositions (%).*¹: Inert gas fusion thermal conductivity method, *²: Vacuum fusion extraction method.

Alloy	H ₂ content (mL/100gAl)	Si	Mg	Mn	Ti	B	Sr	Al
I-1	0.3* ¹	0.20	4.35	0.98	0.00	0.000	0.000	Bal.
I-2		0.20	4.22	0.98	0.07	0.002	0.000	Bal.
I-3		0.20	4.19	0.96	0.06	0.005	0.024	Bal.
I-4	1.0* ¹	0.20	4.28	1.00	0.00	0.000	0.000	Bal.
I-5		0.20	4.21	0.98	0.05	0.002	0.008	Bal.
I-6		0.20	4.20	0.98	0.05	0.001	0.029	Bal.
DC-1	0.6* ²	0.20	4.33	1.01	0.01	0.001	0.000	Bal.
DC-2	0.5* ²	0.20	4.18	0.99	0.06	0.006	0.000	Bal.
DC-3	0.5* ²	0.20	4.13	0.99	0.07	0.009	0.026	Bal.
T-1	1.0* ¹	0.20	4.25	0.97	0.06	0.006	0.000	Bal.
T-2		0.20	4.33	0.97	0.05	0.003	0.023	Bal.
T-3	0.3* ¹	0.20	4.27	0.97	0.06	0.005	0.000	Bal.
T-4		0.20	4.26	0.97	0.06	0.006	0.023	Bal.

7.1.2.2 I-beam 鋳型重力鋳造による HTS 測定方法

Fig. 7.1.1 に示す I-beam 鋳型[2,3]を用いて凝固割れ感受性を測定した. 試験片中央部を最終凝固部とするために, 鋳型の中央に幅 20 mm, 厚さ 1 mm のペーパー状断熱材 (TOMBO No.5130: ニチアス(株))を貼付した. カタログ上の最高使用温度は 1300 °Cである. 凝固割れ感受性の定量化は下記に示す Kimura ら[2]の方法を用いた.

$$HTS[\%] = (L_{\text{crack}}/L_{\text{total}}) \times 100 \quad (7.1.1)$$

HTSは凝固割れ感受性, L_{crack} は最終凝固部に生じる凝固割れ長さ, L_{total} は試験片最終凝固部の全周長さである. 注湯温度は 720 ± 10 °C, 金型温度は 200 ± 10 °Cとした. 各条件に対して3回鋳造実験を行った. なお, 各鋳造試験において中心部の断熱材は貼り変えている.

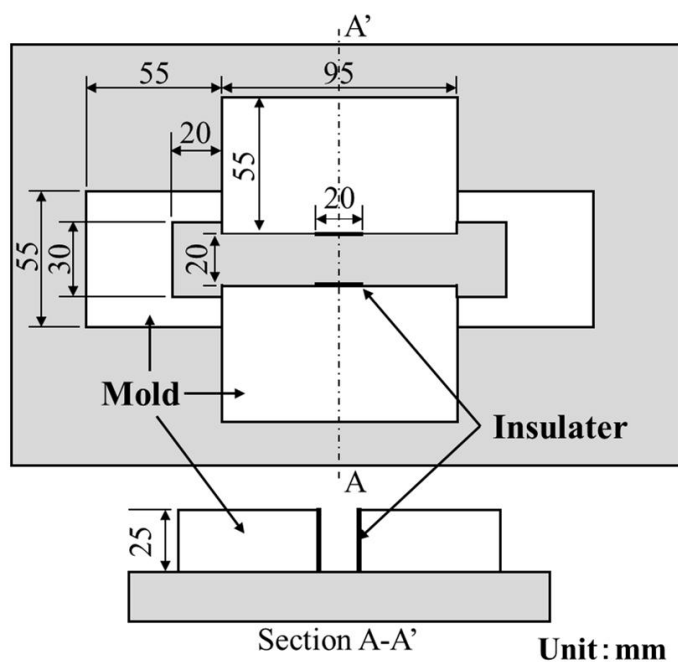


Fig. 7.1.1 Dimensions of I-beam test mold.

7.1.2.3 組織観察

結晶粒径の測定および凝固組織の元素分析を行った。観察する凝固組織は I-beam 試験片の最終凝固部から採取した。観察面を鏡面研磨して下記に示す方法でそれぞれ観察した。

結晶粒径の測定方法を示す。研磨面を 2 %HBF₄ 水溶液により電解腐食した。腐食条件は、電圧 30 V、電流量 0.1 A、腐食時間 2 分である。電解腐食後の観察面を光学顕微鏡で偏光観察することで結晶粒径を観察した。結晶粒径の算出式を下記に示す²²⁾。

$$\bar{d}_g = \sqrt{4A/N_g\pi} \quad (7.1.2)$$

\bar{d}_g は相当結晶粒径、 A は \bar{d}_g を測定する面積、 N_g は測定面積内に存在する結晶の総数である。各組成条件に対する測定面積を下記に示す。条件 I-4 は 77 mm²、条件 I-5、I-6 は 4.8 mm²である。

EPMA (JXA-8230: JEOL Ltd.)により面分析および点分析を行った。加速電圧は 15.0 kV、照射電流は 20 nA である。点分析の結果と熱物性計算ソフト(JMatPro-v12.0: ThermoTech, Ltd.)を用いた Scheil の非平衡凝固モデル計算の結果より、凝固組織内の晶出相を同定した。

7.1.2.4 高圧ダイカスト実験

Fig. 7.1.2 に示す型締力 3200 kN の Vacural ダイカストマシン (VDC320t: Müller Weingarten) を用いて、Fig. 7.1.3(a)に示す足回り部品であるロアリンクを鋳造した。キャビティ内を真空引きすることで、保持炉内の溶湯(約 720 °C)を Φ80 mm の SKD61 製射出スリーブ内に給湯した。スリーブ充填率は 53 %である。キャビティ内の真空度は約 1.0 kPa であった。低速速度は 0.3 m/s、高速速度は 1.9 m/s、高速切替位置は 280 mm である。鋳造圧力は 30 MPa と設定した。Table 7.1.1 に示す各組成に対して 10 サンプルを取得した。添加元素が機械的性質に及ぼす影響を調査するために、ロアリンク底部の中央 (Fig. 7.1.3(a)の四角部)から Fig. 7.1.3(b)に示す引張試験片を採取した。各組成で 10 サンプル取得した内の後半の 3 サンプルにおいて引張試験を行った。機械的性質の目標値は 0.2%耐力が 150 MPa 程度、破断伸びが 15 %程度である。ダイカストの場合の凝固割れ感受性は、Fig. 7.1.3(a)に示す測定部A (ロアリンクの側面 4 箇所)に生じた凝固割れ長さの合計値によって評価した。測定部Aは肉厚差と型拘束による応力発生により凝固割れが生じやすいと推測される箇所である。各組成において 10 サンプルから凝固割れ長さを測定した。

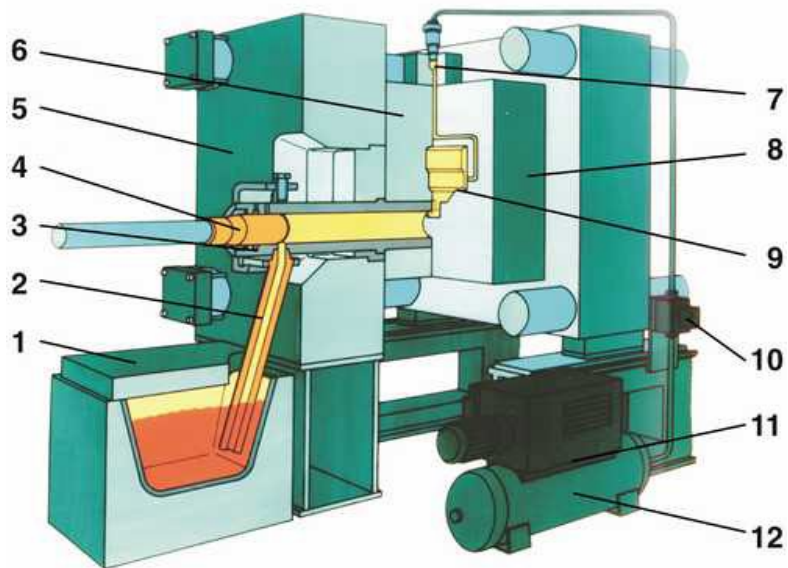


Fig. 7.1.2 Vacural die casting machine (VDC320t: Müller Weingarten).

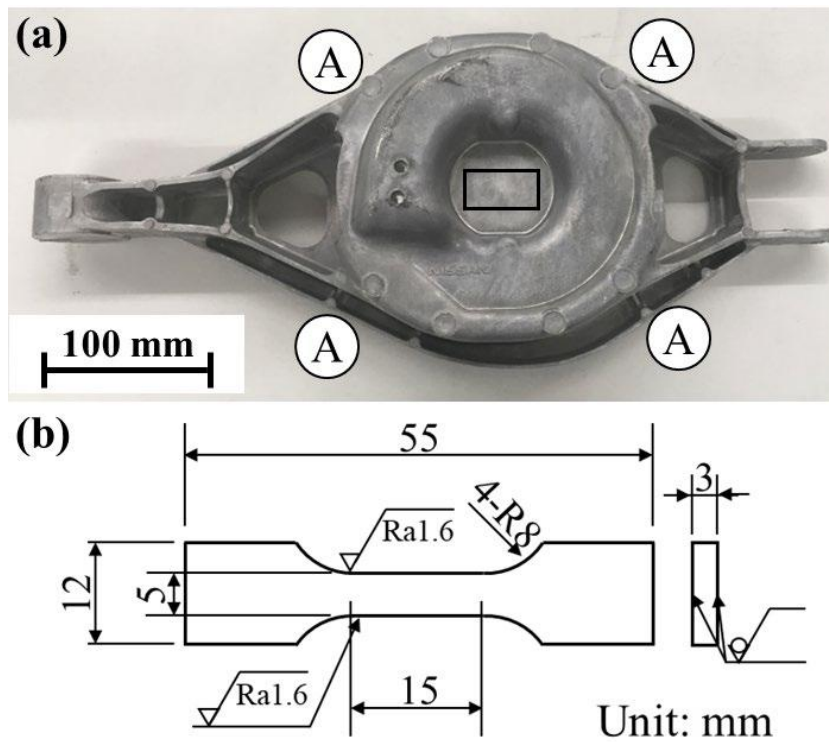


Fig. 7.1.3 (a) Photograph of lower link arm die castings, (b) Dimension of tensile test specimen.

7.1.2.5 半凝固状態における引張試験

半凝固状態の真応力-真ひずみ曲線が取得可能な引張試験装置を使用した。引張試験装置および試験方法は 4 章と同様である。Fig. 7.1.4 に試験片の寸法を示す。以下に試験方法の概要を示す。

- 1) キャビティに溶湯を注ぎ、試験片を凝固させる。
- 2) 試験片の温度が引張試験温度に達したら、試験片を電動サーボシリンダにより引張る。引張荷重はロードセルにより連続的に測定されている。
- 3) 引張開始と同時に、高速度ビデオカメラを用いて引張変形の様子を撮影する。引張変形の観察位置は Fig. 7.1.4 に示されている。引張変形の撮影は引張荷重と同期測定されている。

引張変形中の試験片表面にはデンドライトが観察される。破断部を挟むように 2 つのデンドライトをマーカーとして選び、その 2 点の変位を真ひずみの算出に用いた。試験片の引張変形は体積一定則に従うと仮定して、真応力と真ひずみは下記の式より算出した[7-12]。

$$\sigma_{\text{true}} = \frac{F}{A_0} (1 + \varepsilon_{\text{nominal}}) \quad (7.1.3)$$

$$\varepsilon_{\text{true}} = \ln(1 + \varepsilon_{\text{nominal}}) \quad (7.1.4)$$

$$\varepsilon_{\text{nominal}} = \frac{l - l_0}{l_0} \quad (7.1.5)$$

ここで、 σ_{true} は真応力、 $\varepsilon_{\text{true}}$ は真歪、 $\varepsilon_{\text{nominal}}$ は公称歪、 F は引張荷重、 A_0 は試験片の初期断面積、 l はマーカーとして選択した 2 つのデンドライト間のゲージ長さ、 l_0 は l の初期ゲージ長さである。本研究では半凝固状態である 500 ~ 600 °C において引張試験を行った。上記の温度域における固相率 f_s を Scheil の非平衡凝固モデルで算出した結果、 $f_s = 0.71 \sim 0.93$ であった。

引張速度は 0.2 mm/s、注湯温度は 720 °C である。本研究における半凝固状態の引張試験では引張開始から破断までに試験片の温度が低下する。その温度差の平均値 ΔT は -3.2 °C ($\Delta f_s = +0.0066$) であった。そのため、本研究で取得した力学特性は上記の温度低下 (固相率増加) の影響を平均した特性である。

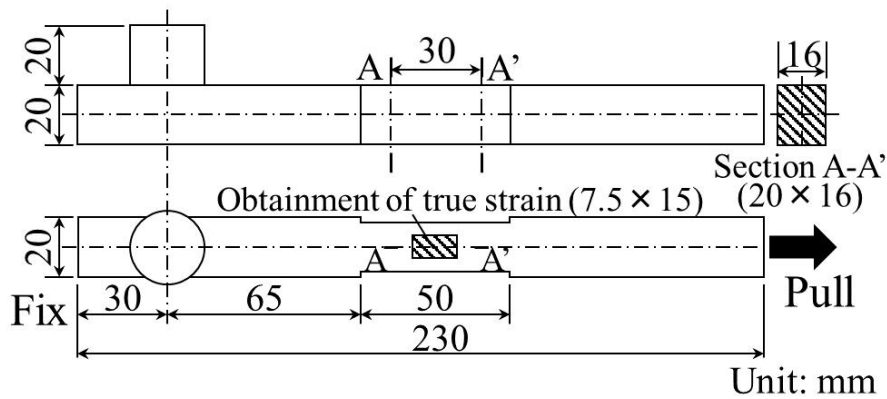


Fig. 7.1.4 Dimensions of tensile test specimen during partial solidification.

7.1.3 実験結果

7.1.3.1 I-beam 型重力鑄造による HTS 測定結果

溶湯内水素量を測定した結果, DGM1 では 1.0 mL/100gAl, DGM2 では 0.3 mL/100gAl であった. Fig. 7.1.5 に合金組成および水素量と HTS の関係を示す. グラフ内の値は各条件における HTS の平均値である. 水素量に関わらず, Ti, B 添加により HTS が低減した. Sr の添加が HTS に及ぼす影響は, 溶湯内の水素量によりそれぞれ異なる傾向を示した. 0.3 mL/100gAl の場合は, I-3 (Ti, B, Sr 共添加組成) の方が I-2 (Ti, B 添加組成) よりも HTS が高いことがわかる. 一方で 1.0 mL/100gAl の場合は, I-6 (Ti, B, Sr 共添加組成) の方が I-5 (Ti, B 添加組成) よりも HTS が低くなった. I-6 の HTS は全条件の中で最も低い. 溶湯内の水素量が 1.0 mL/100gAl 程度であれば, Sr, Ti, B の共添加により Al-4.5Mg-1.0Mn-0.2Si 合金の HTS が低減することが示された.

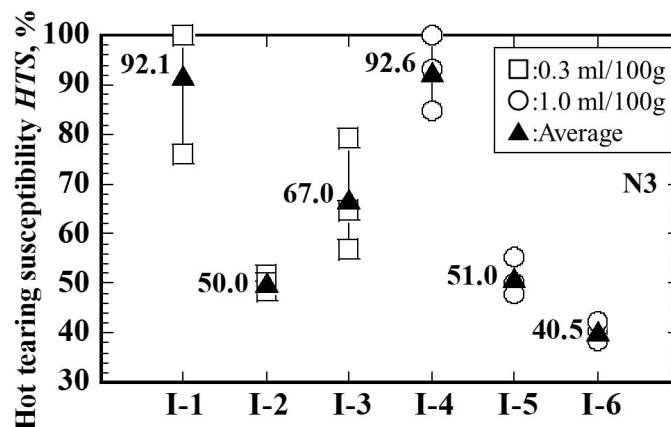


Fig. 7.1.5 Effect of both alloy compositions and hydrogen content on hot tearing susceptibility of the Al-4.5Mg-1.0Mn-0.2Si alloy.

7.1.3.2 試験片の凝固組織

添加元素が *HTS* に及ぼす影響を調査するために, I-beam 試験片の組織を観察した. 結晶粒径を測定した結果, I-4 は 437 μm , I-5 は 94 μm , I-6 は 109 μm であった. Ti, B 添加により *HTS* が低減する理由は結晶粒の微細化によることが確認された. 一方で Sr の添加による結晶粒径の変化は見られない. I-5 と I-6 の面分析結果を Fig. 7.1.6 に示す. Figs. 7.1.6(a)~(f)より, 凝固過程に晶出する相として Al_3Mg_2 相 (Figs. 7.1.6(a),(d)で Mg のみ濃化する箇所), AlMnFeSi 系化合物相 (Figs. 7.1.6(b),(c),(e),(f)で Mn, Si がともに濃化する箇所), Mg_2Si 相 (Figs. 7.1.6(a),(b),(d),(e)で Mg と Si がともに濃化する箇所)が確認された. また Fig. 7.1.6(g)より, Sr は Mg_2Si 相付近で濃化していることが観察された. しかしながら, Sr の添加による擬二元共晶相 ($\text{Mg}_2\text{Si} + \alpha\text{-Al}$) の微細化は確認できなかった. また, Sr の添加は Al_3Mg_2 相や AlMnFeSi 系化合物相の形状に影響を及ぼさなかった. 以上の結果より, Al-4.5Mg-1.0Mn-0.2Si 系合金に対する Sr の添加が *HTS* を低減する理由は, 結晶粒径および晶出化合物相形状の変化に起因しないと考えられる.

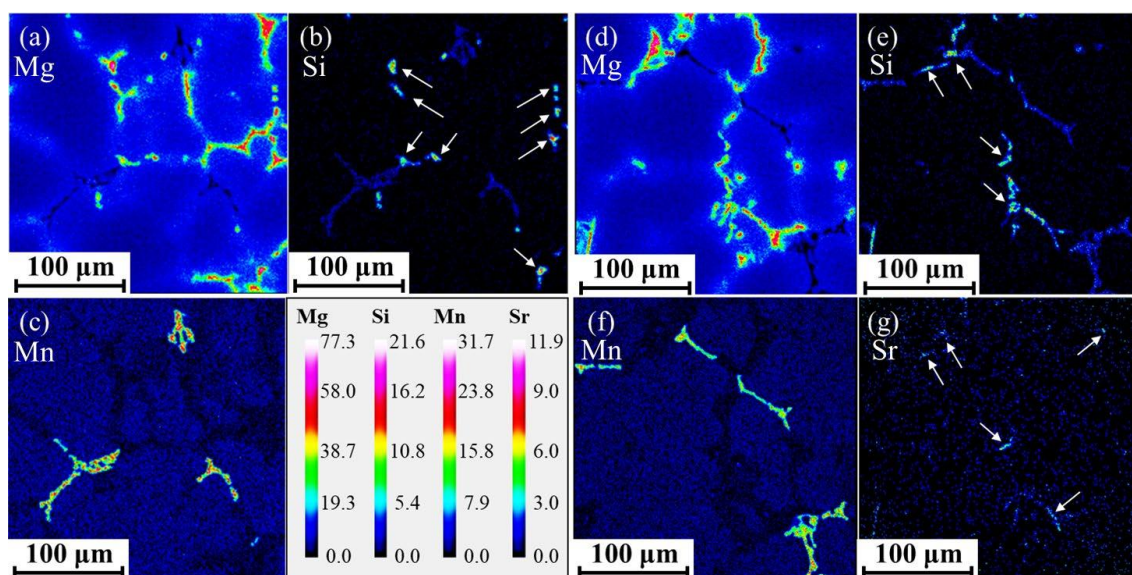


Fig. 7.1.6 EPMA analysis of Al-4.5Mg-1.0Mn-based alloys: (a)-(c) base alloy without Sr (I-5), (d)-(g) base alloy with Sr (I-6).

7.1.3.3 高圧ダイカスト実験

各条件における溶湯内の水素量は **Table 7.1.1** に示すように 0.5~0.6 mL/100gAl であった。**Fig. 7.1.7** に合金組成と破断伸びの関係を示す。グラフ中のグレーのプロットは平均であり、数値は平均値を示している。DC-3 (Ti, B, Sr を共添加した組成) の破断伸びが低い 1 点を除けば, Sr の添加によらず 15 %程度の破断伸びが得られた。また 0.2%耐力は, Sr の添加によらず 140 MPa 程度であった。**Fig. 7.1.8(a)** にロアリンクの測定部 A に生じた割れの外観を示す。割れの破面を SEM で観察した結果を **Fig. 7.1.8(b)** に示す。デンドライトが見られるため, 凝固割れであることがわかる。**Fig. 7.1.8(c)** に合金組成と凝固割れ長さの関係を示す。測定部 A の割れ長さは DC-3 において最も短くなった。ロアリンクにおいては 0.5 mL/100gAl 程度の水素量と Sr, Ti, B の添加により凝固割れ感受性が低減することが明らかになった。かつ溶湯内の水素量が 0.5 ~ 0.6 mL/100gAl であれば, 車体構造部品に要求される機械的性質を損ねないことも分かった。

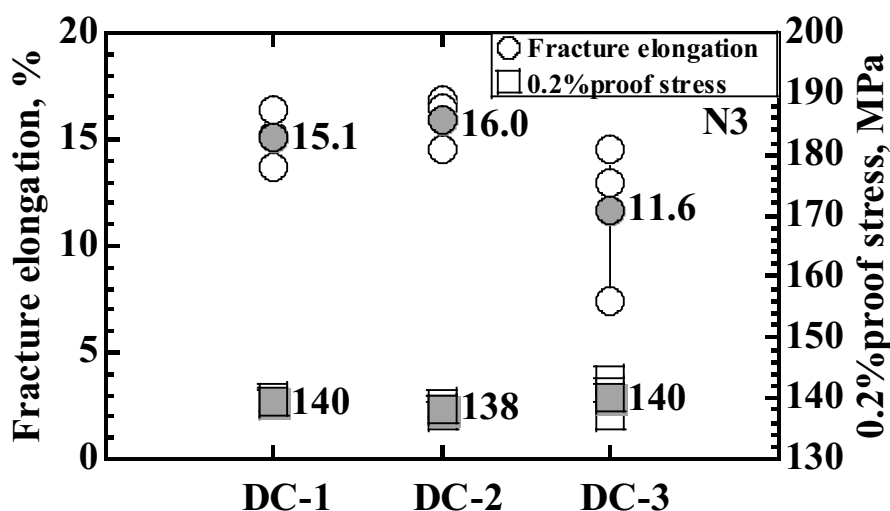


Fig. 7.1.7 Effect of alloy compositions on both fracture elongation and 0.2% proof stress of the Al-4.5Mg-1.0Mn-0.2Si alloy die castings.

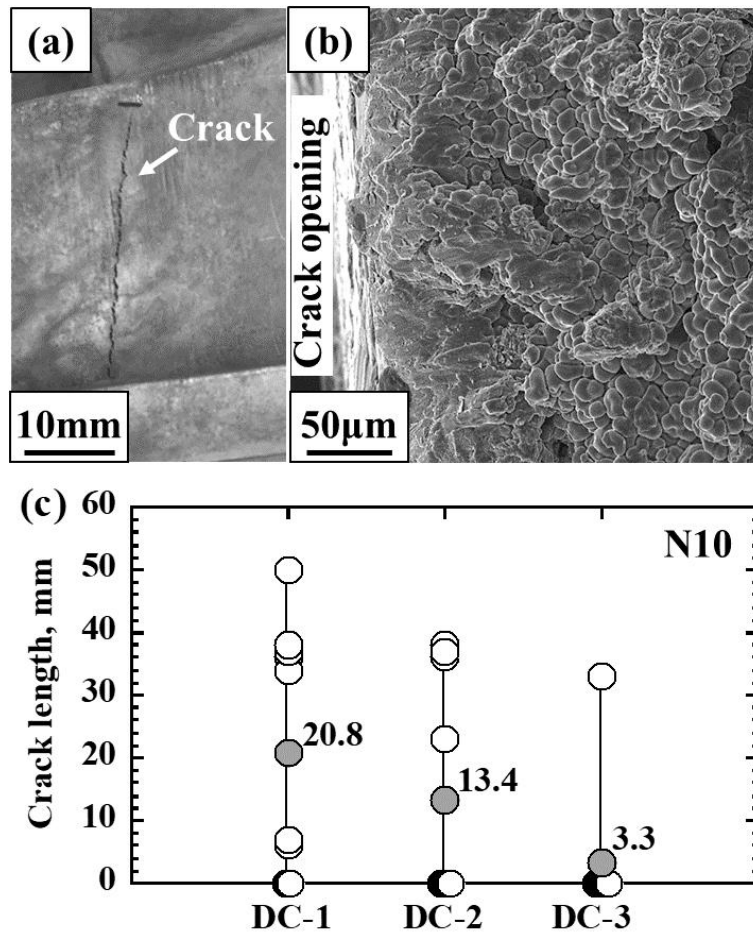


Fig. 7.1.8 (a) Image of hot tearing occurred at point A of lower link arm die castings, (b) SEM image of hot tearing fracture surface, (c) Effect of alloy compositions on crack length of lower link arm die castings.

7.1.3.4 半凝固状態における引張強度および伸び値

重力鋳造およびダイカストの双方において、水素量が 0.5 ~ 1.0 mL/100gAl の条件下における 0.2%Si, 0.025%Sr, 0.08%Ti, 0.016%B の共添加により Al-4.5Mg-1.0Mn 系ダイカスト合金の凝固割れ感受性が低減した。しかしながら、Sr の添加により凝固割れ感受性が低減するメカニズムは明らかではない。そこで Sr の添加が半凝固状態における引張強度および伸び値の温度(固相率)依存性に及ぼす影響を調査した。

Table 7.1.1 に示すように、1.0 mL/100gAl の水素量を固定条件とした。Fig. 7.1.9(a)に引張強度の温度(固相率)依存性を示す。引張強度は Eq. (7.1.3)~(7.1.5)で算出される真応力-真ひずみ曲線における最大真応力と定義した。固相率は熱物性計算ソフト(JMatPro-v11.1: ThermoTech, Ltd.)を用いて Scheil の非平衡凝固モデルにより算出した。Fig. 7.1.9(a)より、

ZST[13](Zero-Strength Temperature, 引張強度が発生する温度)は Sr の添加に関わらず約 580 °C ($f_s = 0.81$)であった。また, Sr の添加に関わらず, 温度(固相率)に対する引張強度の増加率はほとんど等しい。Fig. 7.1.9(b)に伸び値の温度(固相率)依存性を示す。伸び値は引張始めてから破断するまでの真ひずみと定義した。なお, 引張試験片は最大真応力時に破断したため, 伸び値と引張強度が得られた温度はともに等しい。Fig. 7.1.9(b)より, 試験温度全域において T-1 と T-2 の伸び値は 1.0 %以下であった。Sr の添加による延性の向上は認められない。また Sr の添加による ZDT[14](Zero-Ductile Temperature, 延性が最も低い温度)の変化は見られず, とともに約 555 °C ($f_s \cong 0.87$)であった。上記の結果より, Sr の添加は半凝固状態における引張強度および伸び値に影響を及ぼさないことが判明した。

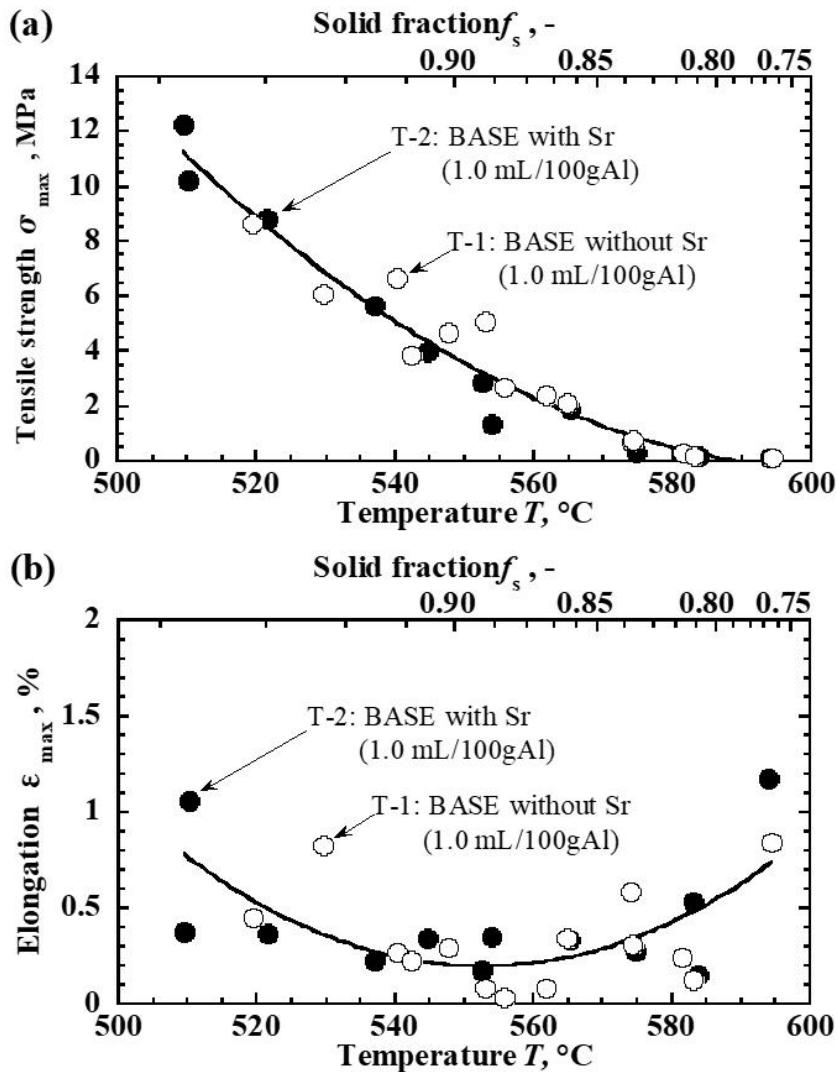


Fig. 7.1.9 Temperature (and solid fraction) dependence of (a) tensile strength and (b) elongation during partial solidification (hydrogen content: 1.0 mL/100gAl).

7.1.3.5 半凝固状態における荷重の時間変化

Sr の添加が引張開始から破断に至るまでの荷重の時間変化に及ぼす影響を調査した。真応力-真ひずみ曲線による調査を行わなかった理由は、**Fig. 7.1.9(b)**に示すように破断時の真ひずみが試験温度全域で 1.0%以下と小さく、Sr の添加が引張開始から破断までの力学挙動に及ぼす影響を調査することが困難であったためである。最も割れ生じやすいと考えられる ZDT (= 550 °C) から引張試験を開始した。

Fig. 7.1.10(a)に水素量が 1.0 mL/100gAl において 550 °C から引張試験を開始した際の荷重の時間変化を示す。0 s は引張開始したタイミングを示している。引張試験中の温度変化 ΔT は -2.5 °C、固相率変化 Δf_s は +0.004 であった。**Fig. 7.1.10(a)**より、T-2 (Sr を添加した組成) は最大荷重に達するまでの時間が長いことがわかる。また T-2 の方が T-1 (Sr を添加していない組成) よりも最大荷重値が高い。0 ~ 0.5 s における荷重を見ると、T-2 は T-1 に比べて荷重が低い。**Fig. 7.1.10(b)**に 0 ~ 0.5 s における荷重速度と時間の関係を示す。T-1 は 0 s から約 0.1 s の間に荷重速度が急激に増加することがわかる。一方、T-2 は 0 s から 0.5 s において荷重速度が緩やかに増加した。**Figs. 7.1.11(a),(b)**に水素量が 0.3 mL/100gAl において 550 °C から引張試験を開始した際の荷重と時間の関係、荷重速度と時間の関係をそれぞれ示す。引張試験中の ΔT は -2.8 °C、 Δf_s は +0.005 であった。**Fig. 7.1.11(a)**より、T-3 (Sr を添加していない組成) は T-4 (Sr を添加している組成) に比べて 0 ~ 0.5 s における荷重が低いことがわかる。しかしながら **Fig. 7.1.11(b)**を見ると、Sr の添加によらず 0 s から約 0.1 s の間に荷重速度が急激に増加した。この引張開始直後に荷重速度が急激に増加する現象は、**Fig. 7.1.10(b)**に示す条件 T-1 と等しい。水素量が 1.0 mL/100gAl において基準合金に Ti, B, Sr を添加した条件で、引張開始直後の荷重速度の増加が他の条件に比して相対的に低くなることが明らかになった。

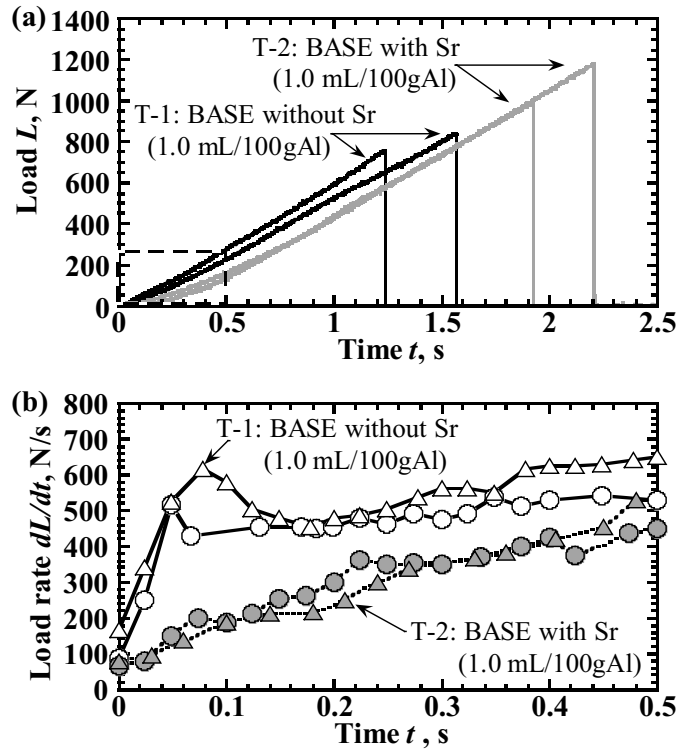


Fig. 7.1.10 Time dependence of (a) load and (b) load rate (hydrogen content: 1.0 mL/100gAl, tensile start temperature: 550 °C).

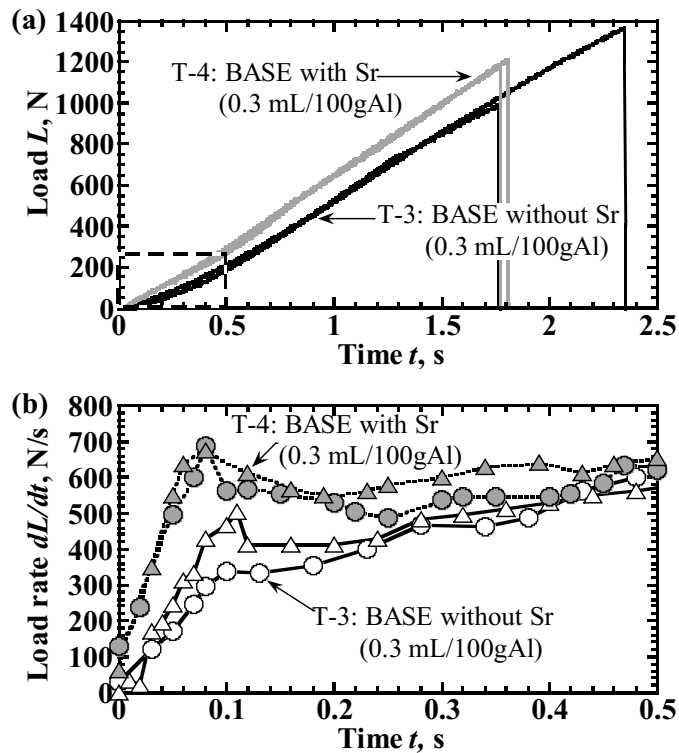


Fig. 7.1.11 Time dependence of (a) load and (b) load rate (hydrogen content: 0.3 mL/100gAl, tensile start temperature: 550 °C).

7.1.3.6 破断後試験片の内部組織

Figs. 7.1.10(a),(b)に示した T-1, T-2 の破断後試験片の内部組織を観察した。観察面は Fig. 5 に示す最終凝固部の引張軸方向断面 A-A'である。Figs. 7.1.12(a),(b)に T-1 および T-2 の断面 A-A'の観察結果をそれぞれ示す。Sr を添加することで、ポロシティの分布が変化することが定性的に確認された。分布が変化したポロシティは、その形状が球状であることから、水素ガスポロシティであることが示唆された。Sr の添加による水素ガスポロシティ分布の変化を定量的に調査するために、画像処理ソフト(Image pro® Premier J 9.2: Media Cybernetics)を用いてポロシティ面積率を測定した。幅 4 mm の測定範囲(Figs. 7.1.12(a),(b)に示す白い四角形)を 6 箇所設け、各測定範囲内の試験片面積に対するポロシテ面積率を求めた。組織内には水素ガスポロシティと引張荷重によるクラックが混在している。水素ガスポロシティのみ客観的に判別するのは困難であったため、水素ガスポロシティとクラックをどちらも測定対象とした。測定結果を Fig. 7.1.12(c)に示す。Fig. 7.1.12(c)より、Sr を添加していない場合は破断部付近に水素ガスポロシティが集中していることが示唆された。一方で Sr を添加した場合においては、水素ガスポロシティが断面 A-A'の全域に分散する結果が得られた。

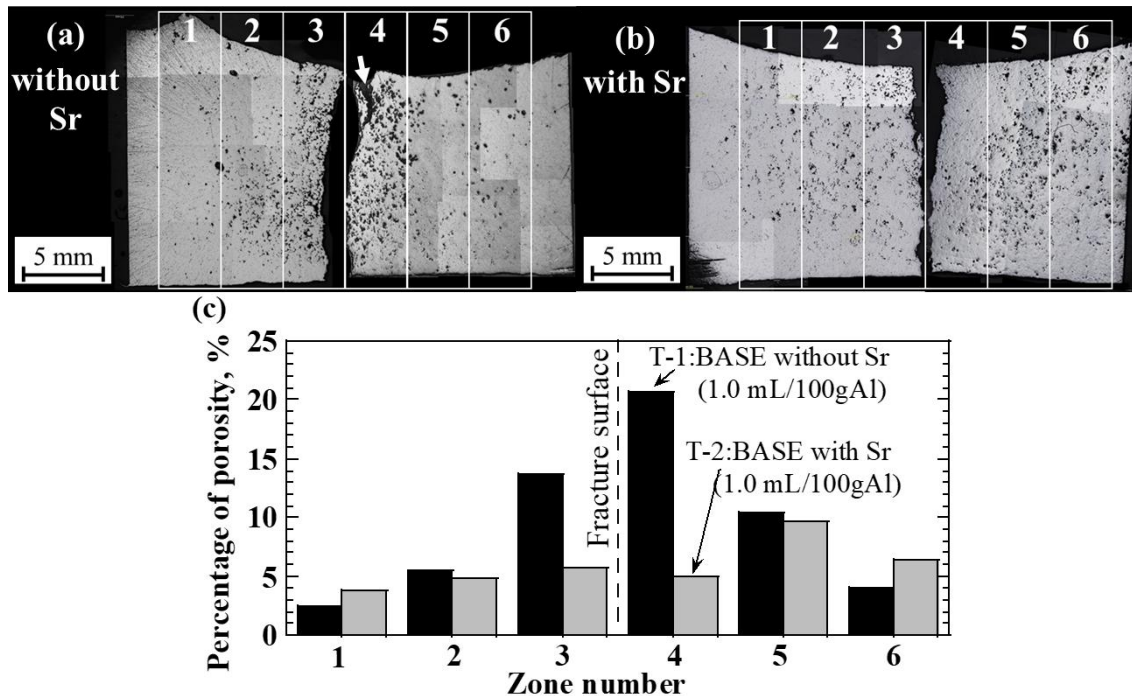


Fig. 7.1.12 Porosity comparison at cross sections of longitudinal direction A-A' of tensile test specimens with different Sr addition during partial solidification: optical micrographs of (a) T-1 and (b) T-2, and (c) difference of percentage of porosity between T-1 and T-2.

7.1.4 考察

7.1.4.1 Sr の添加により凝固割れ感受性が低減するメカニズム

従来報告[15-17]より, Sr の添加が Al-Si 系合金鋳物に生じる水素ガスポロシティを分散させることが報告されている. 半凝固状態の鋳物内における水素ガスポロシティの生成条件は下記のように記述されている[17,18].

$$P_g \geq \frac{2\gamma}{r} + P_a + P_m - |\Delta P_s| \quad (7.1.6)$$

P_g は溶湯中に溶存する水素原子と平衡する気泡内部の水素分子の圧力である. P_a , P_m はそれぞれ大気圧, 液相内の静水圧(= ρgh)である. ΔP_s は凝固の進行に伴う収縮による圧力降下と固相の間隙を移動する際の液相の圧力損失を足し合わせたものであり, 負の値をとる. Rappaz ら[19]と Grandfield ら[20]はそれぞれ樹枝状晶, 等軸晶の間隙における ΔP_s の理論モデルを提唱している. γ , r は液相の表面張力, 水素ガスポロシティの半径である. Emadi ら[21]は, Al-7Si 系合金 (ASTM A356) に Sr 量を変量した組成の γ を液滴法により測定し, Sr の添加が γ を約 10%低下させることを示している. また, γ の低下が水素ガスポロシティの形成を促進させることも実験的に示している. したがって, 本研究においても Sr が γ を低下させることで相対的に小さい液相の圧力損失 $|\Delta P_s|$ によって水素ガスポロシティが形成されると考えられる. なお, Zhang ら[17]は, Sr により水素ガスポロシティが分散する理由は Sr を含む酸化物が溶湯内に細かく分散するためであると推察している. かつ酸化物は水素ガスポロシティの異質核となることが知られている[22]. EPMA 観察により Fig. 7.1.12(b)に示すガスポロシティの一部からは Al_2O_3 らしきものが観察されたが, Al_2O_3 近傍から Sr は検知されなかった. したがって, Al_2O_3 を核とするガスポロシティの形成については考察の対象から外すことにする.

Sr の添加による水素ガスポロシティ形成時の $|\Delta P_s|$ の低下が凝固割れ感受性を低減させるメカニズムは下記の 3 つ過程によると考えられる.

【Step 1:凝固収縮の拘束開始】 最終凝固部では凝固収縮の拘束により引張の熱荷重が生じる. この熱荷重は凝固割れの駆動力であることが知られている[37]. また Eq. (7.1.6)における $|\Delta P_s|$ が増加する.

【Step 2: $|\Delta P_s|$ の増加による水素ガスポロシティの形成】 Sr の添加は Eq. (7.1.6)における γ を相対的に低下させるため, Sr を添加しない場合に比べて小さい $|\Delta P_s|$ により水素ガスポロシティが形成しうる. そのため, Sr を添加した組成では凝固収縮が拘束された後に水素ガスポロシティがより低固相率で形成する[15-17].

【Step 3:熱荷重の低下】 水素ガスポロシティによる体積膨張は最終凝固部の収縮を緩和させる。そのため、Sr を添加した組成では Sr を添加しない場合に比べてより低固相率で凝固割れの駆動力となる熱荷重が低下する。これは、Figs. 7.1.10(a),(b)で示された引張開始直後から Sr の添加によって荷重および荷重速度が低下することと整合する。

以上の過程より凝固割れ感受性が相対的に低減したと考えられる。また、Figs. 7.1.12(a)~(c)より、Sr の添加は Al-Mg 系合金鋳物の水素ガスポロシティを分散させることが示された。Fig. 7.1.12(a)の白矢印に示されるように、Sr を添加しない場合は水素ガスポロシティが破断部近傍に集中的に分布するため、各ポロシティが連結して凝固割れが進展することがわかる。そのため、Sr による水素ガスポロシティの分散はポロシティ連結による凝固割れの進展を妨げることによっても凝固割れ感受性の低減に寄与したと考えられる。

7.1.4.2 凝固割れ感受性低減に寄与する水素量の範囲

Si, Sr, Ti, B の共添加により Al-4.5Mg-1.0Mn 系合金ダイカストの凝固割れ感受性を低減させるためには溶湯内に一定の水素量が必要であることがわかった。しかしながら、水素ガスポロシティは実部品の機械的性質に影響を及ぼす。そのため、凝固割れ感受性の低減を発現させるために必要な水素量を調査する必要がある。Kitaoka ら[23]は、Al-5%Mg 合金 (JIS AC7A, ASTM A514 に相当)の初晶 α -Al 相内の水素の固溶限と冷却速度の関係を実験的に取得している。水素量が固溶限以上の場合、凝固の進行に伴い初晶 α -Al 相から液相に対して過飽和な水素が排出されるため液相内の水素濃度は増加する。また、冷却速度が増加するほど、固溶限が高くなることが示唆されている。各試験法における水素の固溶限を調査することで、凝固割れ感受性の低減に必要な水素量を検討する。

本研究の引張試験および I-beam 試験の液相線温度から固相線温度までの冷却速度はそれぞれ 0.6 K/s, 3.9 K/s であった。ダイカストにおける冷却速度は約 100 K/s と言われている [24]。各試験に対する水素の固溶限を Kitaoka らの実験結果より同定した結果、引張試験は 0.3 mL/100gAl, I-beam 試験は 0.35 mL/100gAl, ダイカストは約 0.36 mL/100gAl であった。各試験の水素の固溶限はすべて 0.3 mL/100gAl を超えることがわかる。本研究において水素量が 0.3 mL/100gAl の場合は Sr の添加による凝固割れ感受性の低減および荷重速度の低下が見られなかった。これらの結果より、Sr を添加することで凝固割れ感受性を低減させるためには、初晶 α -Al 相内の水素の固溶限よりも多い水素量が必要であることが示唆された。鋳造条件と水素の固溶限の関係に関して、重力鋳造とダイカストでは冷却速度が一桁以上異なる

ためダイカストの方が固溶限は相対的に高いと推察される。しかしながら Kitaoka らの結果より水素の固溶限を同定すると、両鑄造条件の固溶限はほとんど等しいことが明らかになった。水素の固溶限がほぼ同様であるために、I-beam 試験およびダイカストにおいて共に溶湯内の水素量が 0.5 ~ 1.0 mL/100gAl 程度で Si, Sr, Ti, B の共添加により凝固割れ感受性が低減したと理解できる。また Fig. 7.1.6 より、0.5 ~ 0.6 mL/100gAl 程度の水素量であれば 15 %程度の破断伸びを得られることが明らかになっている。以上のことから、水素量を 0.5 ~ 0.6 mL/100gAl 程度とした条件で Al-4.5Mg-1.0Mn-0.2Si 系合金に 0.025 %Sr, 0.08 %Ti, 0.016 %B を共添加すれば、ダイカストにより 15 %程度の破断伸びと相対的に低い凝固割れ性を有する車体構造部品が得られることが示唆された。

7.1.5 小括

高延性と低凝固割れ感受性を両立する車体用の非熱処理 Al-Mg-Mn 系ダイカスト合金の組成を検討した。従来までに凝固割れ感受性を低減させるため Si を 1.0 %以上添加する合金組成が報告されているが、自動車構造部品の要求する延性を満たさないことが懸念された。そこで本研究では、高延性を維持するために Si 量を 0.2 %としつつ、割れ感受性を相対的に低減させることを目的とした。上記の実現に対して、0.2 %Si と Ti, B, Sr の共添加かつ溶湯内の水素量に着目した。Al-4.5Mg-1.0Mn-0.2Si 系合金に対する Ti, B, Sr および溶湯内の水素の変量が割れ感受性と機械的性質に及ぼす影響の調査を行った。結果を下記にまとめる。

- (1) 重力鑄造およびダイカスト試作において、0.5~1.0 mL/100gAl の水素量に対する 0.025 %Sr, 0.08 %Ti, 0.016 %B の共添加により凝固割れ感受性が相対的に低減することがわかった。また試作した足回り部品であるロアリンクは車体構造部品が要求する機械的性質(0.2%耐力: 140 MPa, 破断伸び: 15 %)を満足することが示された。
- (2) 本研究において Sr 添加により凝固割れ感受性が低減したメカニズムは、凝固収縮が拘束された後、Sr を添加しない場合に比べてより低固相率で水素ガスポロシティが形成されることで、引張の熱荷重が低下したためであることが示唆された。
- (3) 上記の凝固割れ感受性低減メカニズムを発現させるためには、初晶 α -Al 相内の水素の固溶限よりも多い水素量が必要であることが示唆された。0.5 ~ 0.6 mL/100gAl 程度の水素量において Al-4.5Mg-1.0Mn-0.2Si 系合金に 0.025 %Sr, 0.08 %Ti, 0.016 %B を共添加すれば、高圧ダイカストにより 15 %程度の破断伸びと低い凝固割れ性を有する車体構造部品が得られる可能性が示された。

7.2 流動凝固熱応力連成解析を用いた Al-Mg 系ダイカスト合金製ロアリンクに生じる凝固割れ予測

7.2.1 緒言

2.1 節で示したように生産現場においては操業条件の最適化による凝固割れの防止が望まれており、流動凝固熱応力連成解析による凝固割れ予測のニーズが高まっている。

7.1 節で試作したロアリンクの凝固割れ測定箇所とその箇所における凝固割れ長さの平均値を **Fig. 7.2.1** に示す。オーバーフロー側の箇所 4 で最も割れやすく、次いで箇所 1 が割れやすいことがわかる。箇所 2 と 3 においては割れが生じていなかった。

2.5 節で示したように、実験的根拠に基づく構成モデルを用いた解析により、非熱処理型 Al-4.5Mg-1.0Mn 系合金製ロアリンクの凝固割れ位置の予測を試みる。ProCAST により流動凝固熱応力連成解析を実施する。従来報告[25]に基づいて、相当塑性ひずみの温度依存性と半凝固状態の延性曲線の関係より凝固割れ予測を行う。この延性曲線よりも相当塑性ひずみが大きくなれば凝固割れが発生すると判断できる。上記の予測結果に対して **Fig. 7.2.1** に示すロアリンクの凝固割れ発生箇所と比較する。

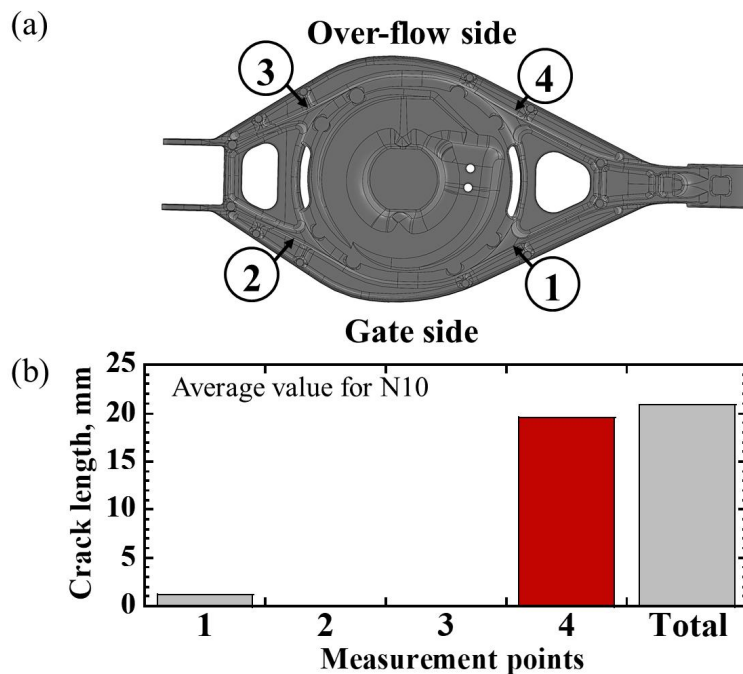


Fig. 7.2.1 Occurrence of hot tearing in lower link die castings; (a) measurement points, and (b) crack length at each point.

7.2.2 解析手法

ProCAST (ESI Group, Visual-Cast 12.0) により, 流動凝固熱応力連成解析を実施した. 要素の種類は四面体 1 次であり, 解析モデルはロアリンクと SKD61 製金型, プランジャー, スリーブで構成されている. メッシュの総数は約 1000 万である. ソルバーには下記に示す弾粘塑性構成モデルが与えられている.

$$\varepsilon_{\text{total}} = \varepsilon_{\text{elastic}} + \varepsilon_{\text{plastic}} + \varepsilon_{\text{visco}} \quad (7.2.1)$$

$$\varepsilon_{\text{elastic}} = \sigma/E \quad (7.2.2)$$

$$\sigma = \sigma_0 + H\varepsilon_{\text{plastic}} \quad (7.2.3)$$

$$\dot{\varepsilon}_{\text{visco}} = k\sigma^n \quad (7.2.4)$$

ここで $\varepsilon_{\text{total}}$, $\varepsilon_{\text{elastic}}$, $\varepsilon_{\text{plastic}}$, $\varepsilon_{\text{visco}}$ はそれぞれ全ひずみ, 弾性ひずみ, 塑性ひずみ, 粘性歪である. E , H , σ_0 はそれぞれヤング率, 硬化係数, 降伏応力である. 固相線温度以上においては, 加工硬化に寄与する塑性ひずみは生じないと仮定できるため, 硬化係数 H および降伏応力 σ_0 はゼロとなるように設定した. **Eq. (7.2.2)** に示すヤング率 E は熱物性計算ソフト (JMatPro-v12.0: ThermoTech, Ltd.) による計算値を用いた. **Eq. (7.2.4)** における粘性特性の k 値及び n 値は半凝固状態における引張試験より実験的に取得した (**Fig. 7.2.2**). 実験方法は **7.1.2.5 次** と同様である. 鋳物の熱物性は JmatPro の計算値を用いており, その他の金型, プランジャー, スリーブはプリセットされたデータを使用した. 鋳物の材料パラメータを **Fig. 7.2.3 ~ Fig. 7.2.5** に示す.

解析初期条件は鋳造条件と同様にした. スリーブへの給湯温度は 700 °C, 初期スリーブ充填率は 40 %, 初期金型温度は 200 °C, キャビティ内の真空度は 1.0 kPa である. 射出条件は, 低速速度 0.3 m/s, 高速速度 1.9 m/s であり, 低速高速切替タイミングは低速開始から 0.93 s である. 構成部品間の界面熱伝達係数の設定値を **Table 7.2.2** に示す. なお本解析では, 鋳物の凝固収縮により鋳型間でエアギャップが生じるよう形状連成されている. エアギャップが生じた際の熱伝達係数 h の変化はソルバー内で次式のように与えられている.

$$h = \frac{1}{1/h_0 + R_{\text{Gap}}} \quad (7.2.5)$$

h_0 は初期熱伝達係数, R_{Gap} はエアギャップ長さである.

凝固割れ発生の判断基準として半凝固状態の延性曲線を用いた. ここで延性曲線とは金属が破断するときの臨界ひずみの温度依存性のことである. 解析で得られる相当塑性ひずみが半凝固状態の延性曲線を上回るか否かで凝固割れが生じたか否かを判断する. **Fig. 7.1.11** に示す半凝固状態の延性曲線の実験値を用いている.

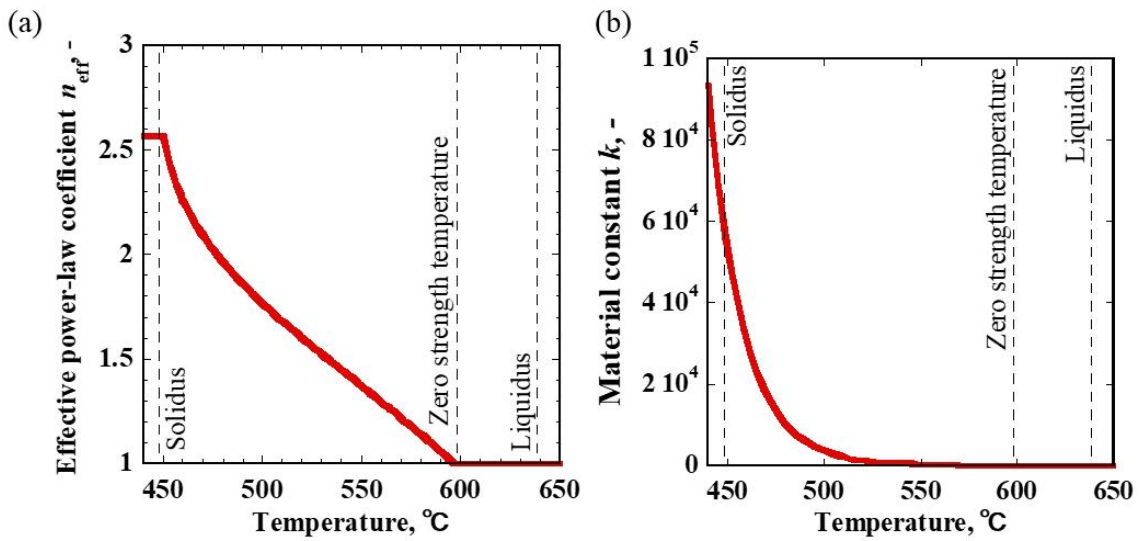


Fig. 7.2.2 Temperature dependences of viscous properties obtained by tensile tests during partial solidification; (a) n_{eff} -value and (b) k -value.

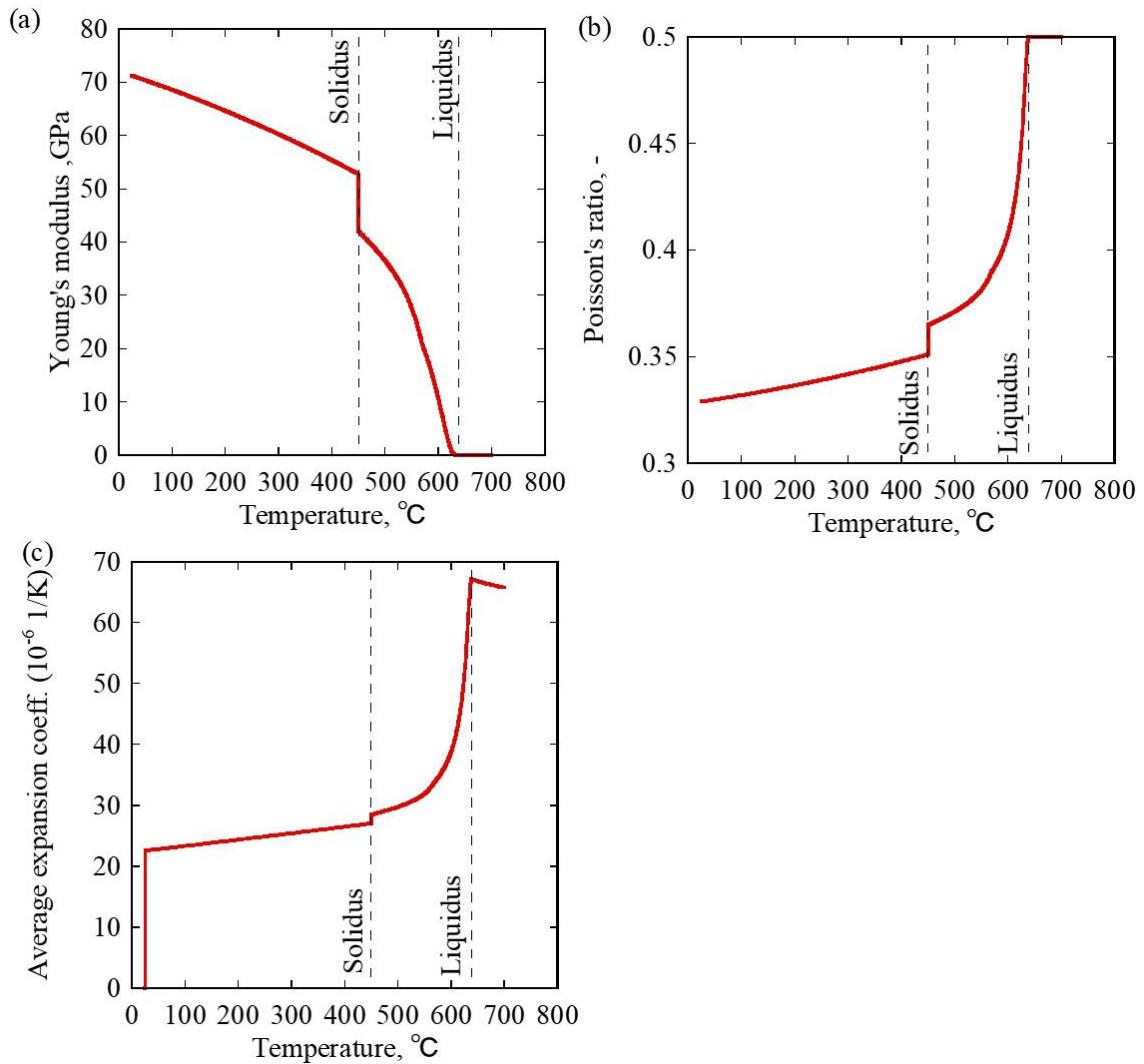


Fig. 7.2.3 Temperature dependences of elastic parameters calculated by JmatPro; (a) young's modulus, (b) poisson's ratio, and (c) average expansion coefficient.

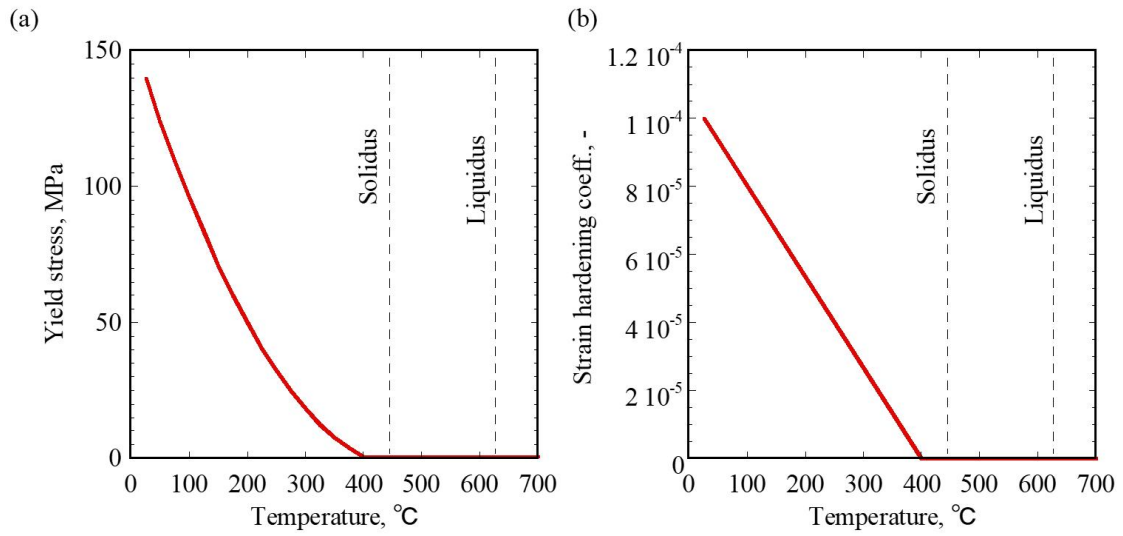


Fig. 7.2.4 Temperature dependences of plastic parameters; (a) yield stress and (b) strain hardening coefficient.

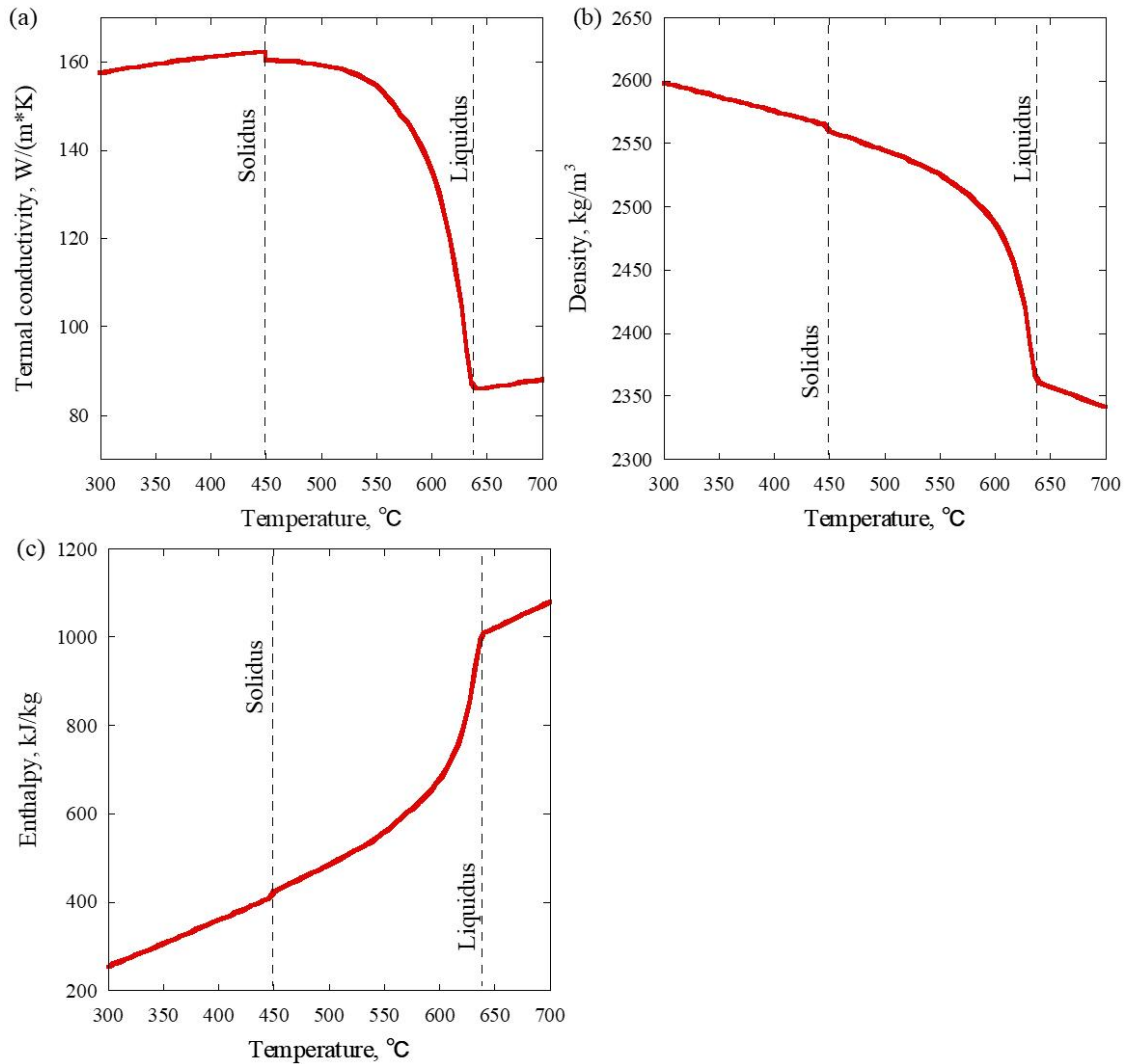


Fig. 7.2.5 Temperature dependences of (a) thermal conductivity, (b) density, and (c) enthalpy calculated by JmatPro.

Table 7.2.2 Heat transfer coefficients for the analysis of the HPDC.

Contact pair	mold-sleeve	sleeve-plunger	casting-mold	casting-sleeve	casting-plunger
Temperature, °C	all temp.	all temp.	before filling → after filling	all temp.	all temp.
HTC, W/m ² K	2000	1000	2000 → 20000	2000	2000

7.2.3 結果と考察

Fig. 7.2.6 に箇所①の温度が 580 °C (固相率 0.82) における相当塑性ひずみのコンター図を示す。またロアリンク試作品の各測定箇所における外観写真の代表例を併記する。**Fig. 7.2.6** より、箇所①~④では相当塑性ひずみが相対的に蓄積しやすいことが示唆された。

Fig. 7.2.7 に各測定箇所における相当塑性ひずみの温度依存性を示す。**Fig. 7.2.7** を見ると、箇所①と④の方が箇所②と③に比べて相当塑性ひずみが立ち上がり始める温度が高く、また $600\text{ °C} < T < 500\text{ °C}$ において相当塑性ひずみが相対的に大きいことがわかる。しかしながら、 $500\text{ °C} < T < 450\text{ °C}$ (固相線温度) においては箇所②と③の方が相当塑性ひずみが大きい。相当塑性ひずみの温度依存性のみで凝固割れ発生傾向を予測すると、 $600\text{ °C} < T < 500\text{ °C}$ では箇所①と④が割れやすく、 $500\text{ °C} < T < 450\text{ °C}$ (固相線温度) においては箇所②と③の方が割れやすいと読み取れる。しかしながら実際には箇所①と④においてのみ凝固割れが発生している。したがって、凝固割れクライテリアを用いずに実際の凝固割れ位置を予測することは困難であることが示唆される。

Fig 7.2.7 に凝固割れクライテリアとして用いる半凝固状態の延性曲線を併記する。箇所①から④のすべてにおいて相当塑性ひずみが延性曲線を上回っているが、凝固割れが発生した箇所①と④の方が発生しなかった箇所②と③に比べて相当塑性ひずみが延性曲線を上回る温度が相対的に高くなる傾向が得られた。したがって、箇所①と④の方が凝固初期段階で凝固割れ発生リスクが高いことがわかる。以上のように、延性曲線をクライテリアとして相当塑性ひずみとの交点を調査すれば、ダイカスト時に凝固割れが発生しやすい位置を予測できる可能性が示唆された。

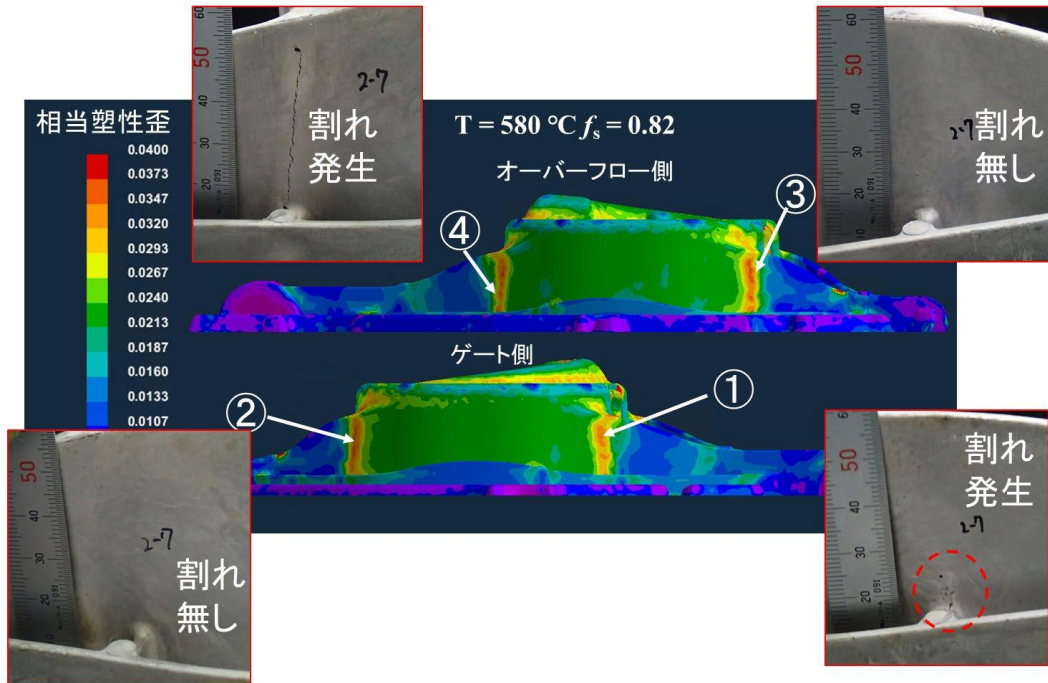


Fig. 7.2.6 Contour map of the effective plastic strain.

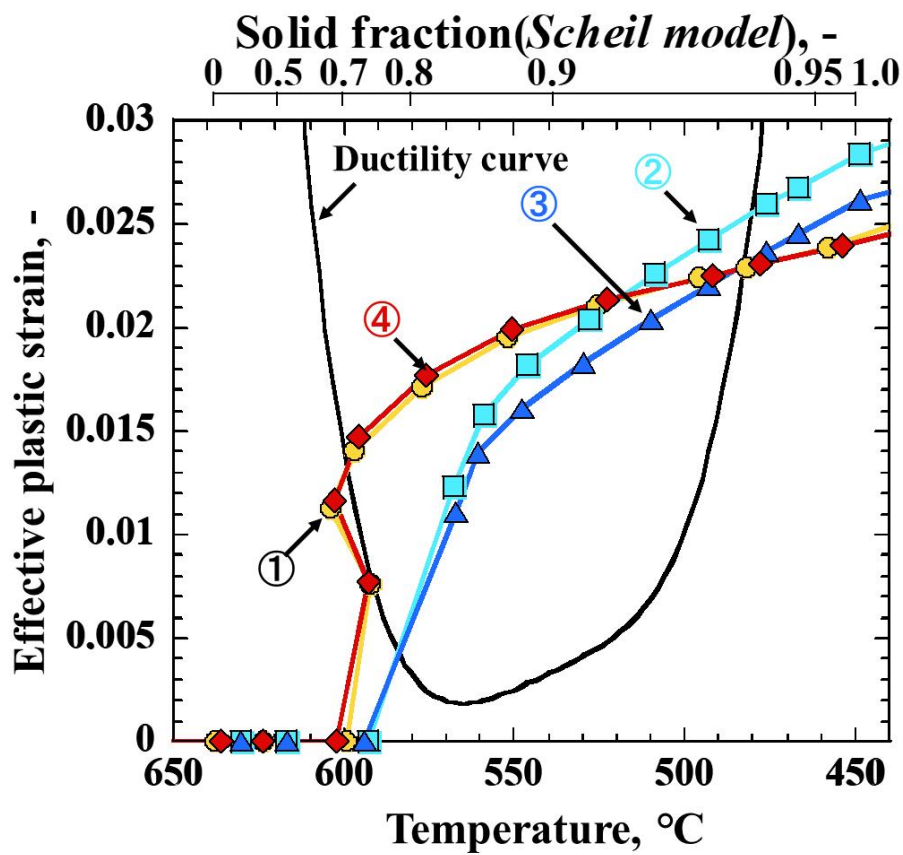


Fig. 7.2.7 Temperature dependence of effective plastic strain.

7.2.4 小括

実験的根拠に基づいた構成モデルを用いた流動凝固熱応力連成解析によって、Al-4.5Mg-1.0Mn 系合金製ロアリンクに生じる凝固割れの予測を試みた。解析で得られた相当塑性ひずみの温度依存性と半凝固状態の延性曲線の関係から凝固割れを予測した。粘性構成モデルおよび延性曲線は半凝固状態の合金の引張試験によって実験的に取得している。予測の結果、凝固割れが発生した箇所では、相当塑性ひずみが延性曲線を上回る温度が相対的に高くなる傾向が示された。以上より、実験的根拠に基づく構成モデルを用いた凝固割れ予測により、ダイカスト時に凝固割れが発生しやすい位置を予測できる可能性が示唆された。

7.3 結言

高延性を維持しつつ、凝固割れ感受性が相対的に低い自動車構造部品用非熱処理型 Al-Mg-Mn 系ダイカスト合金の開発およびダイカスト品に生じる凝固割れ発生位置を実験的根拠に基づいた構成モデルを用いた流動凝固熱応力連成解析で予測することを試みた。

合金開発の結果、Al-4.5Mg-1.0Mn-0.2Si 系合金に対して 0.025 %Sr, 0.08 %Ti, 0.016 %B を共添加すれば、高延性(15 %程度の破断伸び)を維持しつつ、相対的に低い凝固割れ性を有する車体構造部品が得られる可能性が示された。上記の合金組成で凝固割れ感受性を低減させるためには、初晶 α -Al 相内の水素の固溶限よりも多い水素量が必要であることが示唆され、本研究においては 0.5~0.6 mL/100gAl 程度の水素量が必要であることが実験的に示された。上記の組成の凝固割れ感受性が相対的に低い理由は、「Sr 添加により添加しない場合に比べてより低い固相率で水素ガスポロシティが形成されることで、引張の熱荷重が低下したため」であることが示唆された。

凝固割れ予測の結果、ダイカスト試作において凝固割れが発生した箇所では、相当塑性ひずみが延性曲線を上回る温度が相対的に高くなる傾向が示された。実験的根拠に基づく構成モデルを用いた凝固割れ予測によってダイカスト時に凝固割れが発生しやすい位置を予測できる可能性が示唆された。

参考文献

- [1] J. Ito, S. Kitaoka, N. Oshiro, N. Nonaka, T. Koike, and M. Yoshida: *J. JFS*, 89 (2017), 795-798.
- [2] R. Kimura, H. Hatayama, K. Shinozaki, I. Murashima, J. Asada, and M. Yoshida: *J. Mater. Process. Technol.*, 209 (2009), 210-219.
- [3] S. Oya, T. Fujii, F. Kato, and M. Ohtaki: *J. Jpn. Inst. Light Met.*, 33 (1983), 705-711.
- [4] Y. Nagata, K. Kato, T. Shishido, K. Moizumi, H. Kambe, N. Oshiro, S. Kitaoka, and M. Yoshida: *J. JFS*, 93 (2021), 400-403.
- [5] Y. Nagata, K. Kato, K. Hayashi, H. Kambe, N. Oshiro, S. Kitaoka, and M. Yoshida: *J. JFS*, 93 (2021), 404-407.
- [6] 軽金属学会研究委員会アルミニウム中の水素研究部会編: 研究部会報告書, No.20 (2015).
- [7] R. Takai, S. Kimura, R. Kashiuchi, H. Kotaki, and M. Yoshida: *Mater. Sci. Eng. A*, 667 (2016), 417-425.
- [8] R. Takai, A. Matsushita, S. Yanagida, K. Nakamura, and M. Yoshida: *Mater. Trans.*, 56 (2015), 1233-1241.
- [9] R. Hirohara, Y. Kawada, R. Takai, M. Otaki, T. Okane, and M. Yoshida: *Mater. Trans.*, 58 (2017), 1299-1307.
- [10] A. Matsushita, R. Takai, H. Ezaki, T. Okane, and M. Yoshida: *Metall. Mater. Trans. A*, 48 (2017), 1701-1707.
- [11] R. Takai, R. Hirohara, N. Endo, Y. Nagata, T. Okane, and M. Yoshida: *Mater. Trans.*, 60 (2019), 2406-2415.
- [12] Y. Nagata, R. Takai, T. Okane, M. K. Faiz, and M. Yoshida: *Mater. Sci. Eng. A*, 832 (2022), 1-11.
- [13] A. R. E. Singer, and S. A. Cottrell: *J. Inst. Met.*, 73 (1947), 33-54.
- [14] H. Nagaumi, S. Suzuki, T. Okane, and T. Umeda: *Mater. Trans.*, 47 (2006), 2821-2827.
- [15] D. Argo, and J. E. Gruzleski: *AFS Trans.*, 96 (1988), 65-74.
- [16] D. Emadi, J. E. Gruzleski, and J. M. Toguri: *Metal. Trans. B*, 24 (1993), 1055-1063.
- [17] Z. Zhang, X. Bian, and Z. Liu: *Int. J. Cast Metals Res.*, 14 (2001), 31-35.
- [18] Y. Shinada, and S. Nishi: *J. Jpn. Inst. Light Met.*, 30 (1980), 384-389.

- [19] M. Rappaz, J.-M. Drezet, and M. Gremaud: *Metal. Mater. Trans. A*, 30 (1999), 449-455.
- [20] J. F. Grandfield, C. J. Davidson, and J. A. Taylor: *Light Met.* 1 (2001), 895-901.
- [21] D. Emadi, J. E. Gruzleski, and M. Pekguleryuz: *AFS Trans*, 104 (1996), 763-768.
- [22] J. Campbell: *Complete Casting Handbook*, Elsevier, Oxford, 2011.
- [23] S. Kitaoka, and K. Nishina: *Proc. Int. Symp. Extraction, Refining and Fabrication of Light Metals*, 24 (1991), 18-21.
- [24] P. K. Mallick: *Materials, Design and Manufacturing for Lightweight Vehicles*, Woodhead Publishing, Cambridge, 2010.
- [25] 藤井敏男, 府山伸行, 寺山 朗, 筒本隆博, 小田信行, 篠崎賢二, 山本元道: 広島県立総合技術研究所西部工業技術センター研究報告, 52 (2009), 20-23.
- [26] A. Matsushita, T. Nakazawa, T. Okane and M. Yoshida: *J. Mater. Process. Technol.*, 249 (2017), 46-56.

第 8 章 総括

8.1 本論文の総括

低コストと CO₂ 排出量削減を達成しつつ要求される機械的性質を満足するためにアルミニウム合金の組成は多様化している。しかしながら、それに伴い鋳造時に生じる凝固割れ欠陥の発生リスクは高まっている。また Shape casting では、実際に鋳造して製品を作りこむ工程から設計段階で製品形状と製造プロセスの双方を作りこむ開発工程に移行しつつある。そのため、鋳造時に生じる凝固割れ欠陥を流動凝固熱応力解析によって未然に予測して対策することが望まれている。しかしながら、実験的根拠のある粘性構成モデルを用いた熱応力解析による凝固割れ予測の試みは少なく、また種々の実用合金に対して粘性特性を実験的に取得することは困難である。「熱応力解析による凝固割れ予測のための要素技術」としてアルミニウム合金の半凝固状態における力学挙動の支配因子を解明することが研究課題群であった。

本論文では、自動車用アルミニウム合金の鋳造時に生じる凝固割れ欠陥の予測とそれに基づいた防止に関する研究を行った。アルミニウム合金製鋳物に生じる凝固割れ欠陥予測に対する複数の「要素技術研究開発」から「ダイカスト試作品を用いた予測」まで一貫して取り扱った。各章における結論と研究成果の活用について以下に記す。

第 1 章 本研究の社会的背景

本研究の社会的背景を述べた。合金組成の多様化にともなう凝固割れ発生リスクの増加に対して、FEM による凝固割れ欠陥予測とそれに基づく防止が望まれていることを述べた。

第 2 章 従来研究

(1)熱応力解析による凝固割れ欠陥の未然予測とそれに基づく防止, (2)合金元素がアルミニウム合金の凝固割れ感受性に及ぼす影響に関する従来文献をレビューした。それにより、研究課題群を抽出した。

第 3 章 半凝固状態における粘性特性の冷却速度依存性と微視損傷の影響

半凝固状態の粘性特性の冷却速度依存性および微視損傷の影響を明らかにした。Al-5mass%Mg 合金を供試材料として、冷却速度 1 K/s と 5 K/s の 2 条件における半凝固状態の

引張試験を行った。ひずみ速度変量引張試験法と Matsushita らの手法の 2 手法を用いて粘性特性をそれぞれ取得した。冷却速度および取得方法の変化が半凝固状態の Al-5mass%Mg 合金の粘性特性に及ぼす影響を下記にまとめる。

【微視損傷の影響】

ひずみ速度変量引張試験法で得られる粘性特性は、真応力-真ひずみ曲線の流動応力時において試験片内部で微視損傷が発生する場合に、Matsushita らの手法で得られる粘性特性と異なる値を示す。これは微視損傷の発生によって真ひずみ速度が増加することに起因する。熱応力解析に実装する粘性特性の取得手法は、解析対象内部の損傷状態に留意して、決定する必要があることが示唆された。

【冷却速度の影響】

ひずみ速度変量引張試験法で取得した Al-5mass%Mg 合金の粘性特性の冷却速度依存性は粒界の Mg 元素の偏析に支配的であることが実験的に示めされた。0.24~1 K/s の範囲において、冷却速度によるマイクロ偏析の促進を考慮した固相率計算モデル (Clyne-Kurz モデル) を使用すれば粘性特性が予測できることが示唆された。一方で、Matsushita らの手法で取得した損傷の影響がほとんどない粘性特性は冷却速度による差がほとんどなかった。これは本章で実施した 1 K/s と 5 K/s の凝固過程の組織において Mg 元素のマイクロ偏析の程度がほとんど等しく、固相率に差が生じなかったためだと考えられる。

第 3 章で得られた研究成果の活用

- 解析対象内部の損傷状態に留意して粘性特性の取得方法を決定する必要があることが示唆された。
- 粘性特性の冷却速度依存性については、冷却速度によるマイクロ偏析の促進を考慮した固相率によって予測手法を数式化できる可能性が示された。

第 4 章 凝固過程における固相結合が半凝固状態におけるアルミニウム合金の粘性特性に及ぼす影響

半凝固状態における粘性特性の合金系を超越した支配因子を実験的に明らかにした。半凝固状態における引張試験により Al-5mass%Mg 合金および Al-2mass%Cu 合金の粘性特性を取得した。支配因子として着目した固相結合率 f_{sc} は Campbell の理論モデルにより算出した。固相結合率の算出に必要な二面角 θ は実験的に決定した。粘性特性 (m 値) と固相結合率の関係性を調査した結果、合金系に依らず、下記の統一的な挙動を示すことが示唆された。

【合金種の影響】

[Stage 1: 初晶 α 相同士の結合が開始する前の段階 ($f_{sc} = 0$)]

固相同士の直接接触がなく連続的に液相が粒界に存在する時には、変形機構が液膜潤滑滑りであるため、引張強度は発生せず m 値は下記の値を示す。

$$\{f_{sc} = 0\} \quad m = 1 \quad (8.1)$$

[Stage 2: 初晶 α 相同士の結合が増加する段階 ($0 < f_{sc} < f_{sc|eut.st}$)]

初晶 α 相同士の結合が増加する領域は、変形機構が液膜潤滑すべりから高温固体状態の変形へ遷移する領域である。その領域における m 値は固相結合率の増加に比例して減少することが明らかになった。したがって、Stage 2 における m 値の変化は、合金系に依らず、下記の線形複合則に従う。

$$\{0 \leq f_{sc} < f_{sc|eut.st}\} \quad m = m_{solid} \cdot \left(\frac{f_{sc}}{f_{sc|eut.st}} \right) + m_{liquid} \cdot \left(1 - \frac{f_{sc}}{f_{sc|eut.st}} \right) \quad (8.2)$$

m_{solid} および m_{liquid} はそれぞれ $f_{sc} = 0$ における m 値、 $f_{sc} = 1$ における m 値 (Eq. (8.1)) である。 $f_{sc|eut.st}$ は共晶凝固開始時の初晶 α 相同士の結合率である。任意のアルミニウム合金の m_{solid} と固相結合率の温度 (固相率) 依存性が既知であるならば、合金系に依らず、Eq. (8.2) を用いて Stage 2 における m 値を予測できることが示めされた。

[Stage 3: 共晶凝固により固相結合が増加する段階 ($f_{sc|eut.st} \leq f_{sc} < 1$)]

凝固末期の共晶凝固過程においては、共晶凝固による固相結合率の増加は m 値にほとんど影響を及ぼさないことが明らかになった。

$$\{f_{sc|eut.st} \leq f_{sc} < 1\} \quad m \cong m_{solid} \quad (8.3)$$

[Stage 4: 固相線直下の高温固体状態 ($f_{sc} = 1$)]

液相線温度から降温させた場合 (すなわち実際の casting と同様な温度履歴) の固相線直下 ($f_{sc} = 1$) における m 値は、室温から昇温させた高温固体状態の m 値と一致することが示唆された。したがって、先に提案した Stage 2 および Stage 3 における m 値の予測手法 (Eqs. (8.2) および (8.3)) に用いる m_{solid} は、液相線温度から降温させた Stage 4 における引張試験で得る必要なく、従来までに取得されてきた高温固体状態の m_{solid} を用いれば良いことが示唆された。

上記の結果より、 m 値の支配因子は固相結合率である可能性が示唆された。また半凝固状態における $\ln k$ 値の変化に関しては、固相率や固相結合率よりもアレニウス則に支配的であることが実験的に示唆された。

第4章で得られた研究成果の活用

- 任意の2元系アルミニウム合金の半凝固状態における Norton 則の m 値は固相結合率を変数とする Eqs. (8.1)~(8.3)により簡易的に予測できることが示唆された。
- 任意の2元系アルミニウム合金の半凝固状態における Norton 則の k 値はアレニウス則により予測できることが示された。

第5章 固相結合を主因子とした数理モデルに基づく有限要素解析による半凝固状態のアルミニウム合金の粘性特性取得とその有効性の検証

実験を行わずして半凝固状態の粘性特性 (Norton 則における $n_{\text{eff}} (= 1/m)$ 値と k 値) を取得する手法の構築を行った。合金系を超越した支配因子である固相結合を主因子とした簡易的な組織モデリング手法を構築した。この手法は Campbell 数理モデルに基づいており、固液界面の二面角 θ が既知ならば、任意の合金系の半凝固状態における等軸組織を模擬できる。本研究では微細等軸晶を持つ Al-5mass%Mg 合金 ($\theta = 39^\circ$) と Al-2mass%Cu 合金 ($\theta = 12.5^\circ$) を解析対象とした。本手法の解析値は、実組織に基づいたモデルを用いた Takatori らの解析値および実験値と比較した。その結果を下記にまとめる。

[解析モデルの影響]

固相結合を主因子とした本手法の解析値は実組織に基づく Takatori らの手法とほとんど一致した。このことから、半凝固状態の力学特性を有限要素法で解析する際には、モデルに対して固相結合率を考慮する必要があることが示唆された。

[本手法の有効性の検証]

本手法の解析値と実験値は良い相関を示すことが示唆された。しかしながら、 $0.5 < m < 1.0$ において、本手法および Takatori らの m 値の解析値が実験値より下回る結果が得られた。これは、解析において材料界面のすべり変形をモデル化できず、実際の組織に比べて解析モデルが粘性変形しにくいためだと考えられる。

第5章の研究成果の活用

- 半凝固状態の組織の解析モデルに対して凝固過程における固相結合を考慮する必要があることが示唆された。
- 第5章で提案した手法を用いれば、実験を行わずして微細等軸晶を持つアルミニウム合金の半凝固状態における粘性特性を取得することができる。

第 6 章 金属間化合物相を考慮した固相结合が Al-Mn-Cu 系合金の半凝固状態における力学特性および凝固割れ感受性に及ぼす影響

第 6 章では, Al-Mn-Cu 系合金に対する Fe-rich IMC 相量の増加が凝固割れ感受性および半凝固状態の引張強度 σ_{\max} に及ぼす影響を解明した. 従来文献では, Fe-rich IMC 相が力学特性に及ぼすメカニズムとして「IMC 相による初晶 α 相同士の補助的な結合」が指摘されていたが, 実験的には明らかではなかった. そこで本章では, Fe 量の異なる Al-Mn-Cu 系合金の凝固過程における固相结合率の変化と凝固割れ感受性および半凝固状態の引張強度との関係を調査した. 固相结合率は Campbell モデル $f_{\text{sc Campbell}}$ と本研究で開発した Fe-rich IMC 相を考慮したモデル $f_{\text{sc IMC}}$ より決定した. 下記に調査結果をまとめる.

【金属間化合物相の影響】

Al-Mn-Cu 系合金に対する Fe 量の増加は, 半凝固状態における引張強度を向上させるため, 凝固割れ感受性を低減させられることが実験的に明らかになった. Fe 量増加により半凝固状態の引張強度が向上したメカニズムは, 初晶 α 相同士の結合を促進する Fe-rich IMC 相の晶出量が増加するためである. Fe 量の異なる Al-Mn-Cu 系合金の半凝固状態における引張強度は, 本研究で開発した Fe-rich IMC 相を考慮した固相结合率 $f_{\text{sc IMC}}$ によって互いに一致することが明らかになった. すなわち, Fe を変量した Al-Mn-Cu 系合金の引張強度の支配因子は $f_{\text{sc IMC}}$ であることが示唆された.

第 6 章の研究成果の活用

- 粒界で初晶 α 相同士の結合を補助するもしくは引張荷重を負担する金属間化合物相が晶出するアルミニウム合金の構成モデルや凝固割れクライテリアを数式化する場合には, 支配因子である金属間化合物相を考慮した固相结合率 $f_{\text{sc IMC}}$ を考慮する必要があることが示唆された.

第 7 章 高延性と低凝固割れ感受性を両立した自動車構造部品用非熱処理型 Al-Mg-Mn 系ダイカスト合金の開発

高延性と低凝固割れ感受性を両立する車体構造部品用の非熱処理 Al-Mg-Mn 系ダイカスト合金を開発した. 非熱処理で高延性を有する Al-Mg 系合金を車体構造部品に適用するニーズがある. しかしながら, 凝固割れ欠陥が生じやすいことが課題である. これまでは割れ欠陥抑制のために Si が 1.0 % 以上添加されていたが, 部品によっては要求される延性を満たさない可能性が懸念された. 本研究は, 従来よりも微量な Si (0.2 %程度) と Sr を共添加すること

で、高延性と低凝固割れ感受性を両立する合金の開発を目的とした。基準組成 (Al-4.5Mg-1.0Mn-0.2Si 系合金) に対して Ti, B, Sr および溶湯内水素の変量が凝固割れ感受性と機械的性質に及ぼす影響を調査した。足回り部品ロアリンクによりダイカスト試作評価をした。最終的に流動凝固熱応力解析により凝固割れ欠陥予測を試みた。これらの結果を下記にまとめる。

[添加元素 (Si, Sr, Ti, B) が Al-Mg 系合金の凝固割れ感受性及び機械的性質に及ぼす影響]

高延性と低凝固割れ感受性を両立する合金組成として、Al-4.5Mg-1.0Mn-0.2Si 系合金に 0.025 %Sr, 0.08 %Ti, 0.016 %B を共添加した組成が示唆された。I-beam 鋳型重力鋳造試験およびダイカスト試作において、溶湯内水素量が 0.5 ~ 1.0 mL/100gAl の条件下で凝固割れ感受性が相対的に低減することが示された。またダイカスト試作品は要求される機械的性質(0.2%耐力:140 MPa, 破断伸び:15 %)を有することが明らかになった。

[凝固割れ感受性低減のメカニズム]

本研究において Sr の添加により凝固割れ感受性が低減したメカニズムは、凝固収縮が拘束された後、Sr を添加しない場合に比べてより低固相率で水素ガスポロシティが形成されることで、引張の熱荷重が低下したためであると考えられる。メカニズムを発現させるためには、初晶 α -Al 相内の水素の固溶限よりも多い水素量が必要であることが示唆された。

[流動凝固熱応力解析による凝固割れ欠陥予測]

流動凝固熱応力連成解析によりロアリンクに生じる凝固割れ欠陥の発生位置の予測を試みた。解析の結果、凝固割れが発生した箇所では他箇所に比べて相当塑性ひずみが延性曲線を上回る温度が高いことが示された。これは凝固比較的初期から割れ欠陥発生リスクが高いことを意味する。以上のように実部品に生じる凝固割れ発生位置を予測できることが示唆された。

第7章で得られた研究成果の活用

- 0.5 ~ 0.6 mL/100gAl 程度の水素量において開発合金 (Al-4.5Mg-1.0Mn-0.2Si-0.025Sr-0.08Ti-0.016B) を高圧ダイカストすれば、15 %程度の破断伸びを維持しつつ、相対的に低い凝固割れ性を有する車体構造部品が得られることが示された。
- 延性曲線をクライテリアとして相当塑性ひずみと交じわる温度を調査することで、ダイカスト時に凝固割れが発生しやすい位置を予測できることが示唆された。

第8章

各章で得られた結果をまとめた。

8.2 今後の展望と課題

「凝固割れ欠陥予測のための要素技術開発」

本論で報告した「凝固割れ欠陥予測のための要素技術」は、半凝固状態の合金が有する粘性挙動の支配因子を実験的に明らかにし、種々のアルミニウム合金の半凝固状態における粘性特性を簡易的に予測または取得する手法を提案するものである。この研究成果は、粘性特性を取得する実験工数の削減、すなわち凝固割れ予測解析の実施に至る期間短縮に貢献するものであり、加えて半凝固状態の引張試験が行えない研究機関が粘性特性を簡易的に取得することに貢献するため、弾粘塑性解析による凝固割れ予測を産業界全体に普及させることに貢献するものと考えている。

これからは、鋳物の大型化、複雑化や合金組成の多様化が進められ、それに伴い凝固割れの発生リスクがより一層高まることが予想される。また第 1 章で述べたように、設計段階から製品形状と生産プロセスの双方を作りこむ開発プロセスが主流になることも予想される。このような時流の中で、本研究で開発した要素技術を活用することで凝固割れ欠陥の未然予測の効率化と迅速化を可能とする、ひいては自動車部品開発スピードの迅速化が実現すると考えている。

「実機ダイカスト品の凝固割れ欠陥予測」

本論で報告した「実機ダイカスト品の凝固割れ欠陥予測」第 7 章で開発した非熱処理型 Al-Mg 系ダイカスト合金は、従来の Al-Si 系合金に比して熱処理コストが不要なため、比較的廉価な車種の車体構造部品に対する適用が見込める。これにより、自動車からの CO₂ 排出量を削減できると考えている。2023 年現時点では、本開発合金を本来のターゲット部品であるストラットハウジング(ショックタワー)に適用する試作実験を実施している。

本開発合金の残課題としてリサイクル性がある。アルミニウム合金は、新塊の製造時にかかる電力量(約 15000 kWh/ton)がリサイクル時にかかる電力量(約 500 kWh/ton)の約 30 倍であることが知られている。自動車のカーボンフットプリントの観点から、工場内および市中内リターン可能なリサイクル性を持つ自動車用アルミニウム合金が望まれている。リサイクル時に混入不可避な元素である Fe などの許容範囲を拡大することができれば、自動車部品に対するアルミニウム合金の適用範囲がさらに拡大することが期待され、それによる自動車の軽量化と CO₂ 排出量の削減を実現できると期待している。

研究業績

第 2 章

種類別	著者, 題名, 発行掲載誌名, 巻号, (発行年), 頁
総説 査読付定期刊行 ジャーナル	永田益大, 塩田正彦, 吉田誠: Al-Mg 系ダイカスト合金の機械的性質と凝固割れ感受性に及ぼす合金元素の影響に関するレビュー, 鑄造工学, Vol. 94 No. 9 (2022), 558-565.

第 3 章

種類別	著者, 題名, 発行掲載誌名, 巻号, (発行年), 頁
○研究論文 査読付定期刊行 ジャーナル	永田益大, 鬼澤力也, 染谷方哉, 小瀧皓, 高井量資, 江端幹夫, 岡根利光, ムハマドハイリファイズ, 吉田誠: 高周波誘導加熱引張試験による半凝固状態の Al-5mass%Mg 合金の粘性特性の取得, 軽金属, Vol. 71, No. 2 (2021), 112-120.
学会発表	永田益大, 鬼澤力也, 染谷方哉, 小瀧皓, 江端幹夫, 岡根利光, ムハマドハイリファイズ, 吉田誠: 高周波誘導加熱引張試験による半凝固状態の Al-5mass%Mg 合金の粘性特性の取得, 軽金属学会, 140 (2021), 103.

第 4 章

種類別	著者, 題名, 発行掲載誌名, 巻号, (発行年), 頁
○研究論文 査読付定期刊行 ジャーナル	<u>Yoshihiro Nagata</u> , Ryosuke Takai, Toshimitsu Okane, Muhammad Khairi Faiz, Makoto Yoshida: Influence of solid cohesion on viscous properties in Norton law for aluminum alloys during partial solidification, Materials Science and Engineering A, Vol. 832, (2022), 142339.
学会発表	永田益大, 遠藤直輝, 清水雅人, 岡根利光, 吉田誠: 半凝固状態における Al-Mg 系, Al-Cu 系合金の粘性特性に及ぼす支配因子の検討, 日本鑄造工学会全国講演大会, 172 (2018).
特許	三菱アルミニウム, 三菱マテリアル, 早稲田大学: アルミニウム合金の粘性特性算出方法と粘性特性算出プログラム 特開 2022-35388 (特許査定)

第 5 章

種別	著者, 題名, 発行掲載誌名, 巻号, (発行年), 頁
講演	永田益大, 宮地諒輔, 高取尚文, Muhammad Khairi Faiz, 岡根利光, 吉田誠: Campbell 数理モデルを用いた有限要素解析による半凝固状態の Al 合金の粘性特性値予測とその有効性の検証, 日本鑄造工学会全国講演大会, 177 (2021), 92.

第 6 章

種別	著者, 題名, 発行掲載誌名, 巻号, (発行年), 頁
講演	Yoshihiro Nagata, Ryohei Nakagawa, Keisuke Nishimura, Akira Matsushita, Kenichi Yaguchi, Toshio Sakamoto, Muhammad Khairi Faiz, Makoto Yoshida: Influence of Fe addition on tensile strength and fraction of solid cohesion of Al-Mn-Cu based alloys during partial solidification, The International conference on Aluminum Alloys, 18 (2022), O5-6-2.
〃	永田益大, 中川亮平, 西村啓佑, 松下 彬, 谷口兼一, 坂本敏夫, 吉田誠: 半凝固状態における Al-Mn-Cu 系合金の引張強度及び固相結合率に及ぼす Fe 添加の影響, 軽金属学会, 141 (2021), 120.
〃	熊木拓海, 西村啓佑, 永田益大, 折尾寛太, 松下彬, 坂本敏夫, 谷口兼一, 吉田誠: Al-Mn-Cu 系合金における Fe 系化合物が凝固割れ感受性に及ぼす影響, 日本鑄造工学会全国講演大会, 180 (2022), 128.

7 章

種別	著者, 題名, 発行掲載誌名, 巻号, (発行年), 頁
○研究論文 査読付定期刊行 ジャーナル	永田益大, 加藤青空, 宍戸拓真, 土屋蒼, 北岡山治, 大城直人, 西直美, 野中直樹, 小池貴之, 大池俊光, 林憲司, 神戸洋史, 岡根利光, ムハマド ハイリファイズ, 吉田誠: 高延性と低凝固割れ感受性を両立した自動車構造部品用非熱処理型 Al-Mg-Mn 系ダイカスト合金の開発, 鑄造工学, Vol. 94, No. 11 (2022), 690-699.

第 7 章

種類別	著者, 題名, 発行掲載誌名, 巻号, (発行年), 頁
研究論文 (速報) 査読付定期刊行 ジャーナル	永田益大, 清水雅人, 合田智男, 林憲司, 神戸洋史, 團野瑛章, 宮尻聡, 大城直人, 吉田誠: Al-4.5Mg-1.0Mn-Si 系合金ダイカストの凝固割れ感受性と機械的性質に及ぼす Si, Sr, Ti, B 添加の影響, 鑄造工学, Vol. 91, No. 7 (2019), 427-431.
"	永田益大, 清水雅人, 合田智男, 林憲司, 神戸洋史, 團野瑛章, 宮尻聡, 大城直人, 吉田誠: Al-4.5Mg-1.0Mn-Si 系合金ダイカストの凝固割れ感受性と機械的性質に及ぼす Si 添加量の影響, 鑄造工学, Vol. 91, No. 7 (2019), 432-435.
"	清水雅人, 永田益大, 大城直人, 宮尻聡, 團野瑛章, 吉田誠: 自動車車体用非熱処理 Al-Mg 系ダイカスト合金の凝固割れ性に及ぼす微量 Si 添加の影響, 鑄造工学, Vol. 91, No. 7 (2019), 436-438.
"	清水雅人, 永田益大, 大城直人, 宮尻聡, 團野瑛章, 吉田誠: 自動車車体用非熱処理 Al-Mg 系ダイカスト合金の凝固割れ性に及ぼす Sr 添加の影響, 鑄造工学, Vol. 91, No. 7 (2019), 439-441.
"	永田益大, 加藤青空, 宍戸拓真, 茂泉 健, 神戸洋史, 大城直人, 北岡山治, 吉田 誠:ダイカスト用 Al-4.5Mg-1.0Mn 系合金の凝固割れ性に及ぼす溶湯内水素ガス量及び Sr, Ti, B 添加の影響, 鑄造工学, Vol. 93, No. 7 (2021), 400-403.
"	永田益大, 加藤青空, 林憲司, 神戸洋史, 大城直人, 北岡山治, 吉田 誠:ダイカスト用 Al-4.5Mg-1.0Mn 系合金を適用した車体部品の凝固割れに及ぼす離型剤及び Ti, B, Sr 添加の影響, 鑄造工学, Vol. 93, No. 7 (2021), 404-407.
"	永田益大, 加藤青空, 相田悟, 藤本亮輔, 林憲司, 神戸洋史, 大城直人, 北岡山治, 吉田 誠:ダイカスト用 Al-4.5Mg-1.0Mn 系合金を適用した大型車体部品ストラットハウジングの機械的性質, 鑄造工学, Vol. 93, No. 7 (2021), 408-413.

第 7 章

種類別	著者, 題名, 発行掲載誌名, 巻号, (発行年), 頁
講演	清水雅人, <u>永田益大</u> , 大城直人, 宮尻聡, 團野瑛章, 吉田誠:自動車車体用非熱処理 Al-Mg 系ダイカスト合金の凝固割れ性に及ぼす Si, Sr 添加の影響, 日本鑄造工学会全国講演大会, 173 (2019), 21.
〃	<u>永田益大</u> , 清水雅人, 合田智男, 林憲司, 神戸洋史, 團野瑛章, 宮尻聡, 大城直人, 吉田誠: 低い凝固割れ感受性と機械的性質を両立する車体用非熱処理型 Al-Mg-Mn 系ダイカスト合金組成の検討, 日本鑄造工学会全国講演大会, 173 (2019), 22.
〃	<u>永田益大</u> , 林憲司, 神戸洋史, 宮下朋之, 吉田誠: FEM 流動凝固・熱応力連成解析を用いた Al-4.5Mg-1.0Mn 系合金製ロアリンクダイカストの凝固割れ予測, 日本鑄造工学会全国講演大会, 179 (2022), 16.
〃	土屋蒼, 宍戸拓真, 加藤青空, <u>永田益大</u> , 大城直人, 神戸洋史, 西直美, 岡根利光, 吉田誠: Si および Sr の共添加による車体用 Al-4.5%Mg-1.0%Mn 合金の凝固割れ感受性メカニズムの検討, 日本鑄造工学会全国講演大会, 179 (2022), 56.
〃	<u>永田益大</u> , 北岡山治, 西直美, 大城直人, 林憲司, 神戸洋史, 吉田誠: Al-Mg 系ダイカスト合金の機械的性質と凝固割れ感受性に及ぼす合金元素の影響に関する従来研究, 日本鑄造工学会全国講演大会, 180 (2022), 113.
〃	<u>永田益大</u> , 北岡山治, 西直美, 大城直人, 林憲司, 神戸洋史, 吉田誠: 非熱処理 Al-Mg 系合金ダイカスト実体品における機械的性質と凝固割れ発生因子の検討, 日本鑄造工学会全国講演大会, 180 (2022), 114.
〃	<u>永田益大</u> , 北岡山治, 大城直人, 西直美, 大池俊光, 小池貴之, 野中直樹, 内田準也, 林憲司, 神戸洋史, 吉田誠: 車体用非熱処理型 Al-Mg 系合金ダイカストの動向とダイカスト用アルミニウム合金委員会の取り組み, 日本ダイカスト会議 (2022), JD22-15.
特許	早稲田大学, 日産自動車, 大紀アルミニウム工業所: 鑄造割れ感受性の小さいアルミニウム合金およびこれを用いたアルミニウム合金鑄物 特開 2020-105545

その他

種類別	著者, 題名, 発行掲載誌名, 巻号, (発行年), 頁
<p>研究論文 査読付定期刊行 ジャーナル</p> <p>〃</p> <p>〃</p> <p>〃</p>	<p>高井量資, 広原嶺, 遠藤直輝, <u>永田益大</u>, 岡根利光, 吉田誠: 半凝固状態のアルミニウム合金の最大引張応力および伸び値の支配因子, 軽金属, Vol. 69, No. 4 (2019), 255-262.</p> <p>Ryosuke Takai, Rei Hirohara, Naoki Endo, <u>Yoshihiro Nagata</u>, Toshimitsu Okane, Makoto Yoshida: Controlling factor for maximum tensile stress and elongation of aluminum alloy during partial solidification, Materials Transaction, Vol. 60, No. 10 (2019), 2406-2415.</p> <p>高取尚史, 天野麻未, 宮地諒輔, <u>永田益大</u>, Muhammad Khairi Faiz, 吉田誠: 凍結凝固組織に基づく有限要素解析を用いた半凝固状態のアルミニウム合金の粘性特性値予測と精度の実験的検証, 軽金属, Vol. 70, No. 5 (2020), 187-193.</p> <p>Naofumi Takatori, Mami Amano, Ryouyusuke Miyachi, <u>Yoshihiro Nagata</u>, Muhammad Khairi Faiz, Makoto Yoshida: Viscosity properties prediction of semi-solid aluminum alloys using finite element analysis based on quenched solidified structure, and experimental validation, Materials Transaction, Vol. 61, No. 12 (2020), 2371-2377.</p>
<p>講演</p> <p>〃</p> <p>〃</p>	<p>大森春弥, 吉田誠, 千葉浩行, 岡根利光, 小岩井修二, <u>永田益大</u>, 宮下朋之: 運動方程式による液中運動の振動解析と铸造欠陥の予測, 日本铸造工学会全国講演大会, 180 (2022), 69.</p> <p>中村侑未, 沖村康彦, <u>永田益大</u>, 宮下朋之, 吉田誠, 高木健輔, 寺山朗, 頃安貞利, 志賀秀俊, 神戸洋史, 前田安敦, ムハマドハイリファイズ, 岡根利光: 積層铸型とアルミニウム合金溶湯の間の熱伝達係数算出方法とその課題, 日本铸造工学会全国講演大会, 180 (2022), 112.</p> <p>平野椋己, 尾崎祥悟, <u>永田益大</u>, 宮地諒輔, 岡根利光, 吉田誠: Al-Si 系合金の共晶凝固過程における粘性特性及び力学特性に及ぼす Sr の影響, 日本铸造工学会全国講演大会, 180 (2022), 129.</p>
<p>出版物</p>	<p>(一社)日本アルミニウム合金協会, (一社)日本ダイカスト協会: JIS 合金 (ADC6)の特性向上による用途拡大に関する調査・研究(II), ダイカスト用アルミニウム合金委員会, 2019年3月. (一部執筆担当)</p> <p>(一社)日本アルミニウム合金協会, (一社)日本ダイカスト協会: Al-Mg 系合金ダイカストの使いこなし及び製造技術向上に関する調査・研究, ダイカスト用アルミニウム合金委員会, 2021年7月. (一部執筆担当)</p>

謝辞

本論をまとめるにあたり、懇切なご指導、ご教鞭を頂きました早稲田大学創造理工学部総合機械工学科 吉田誠教授に心より感謝申し上げます。

学位審査において、貴重なご指導とご助言を頂きました早稲田大学創造理工学部総合機械工学科 宮下朋之教授、石村康生教授に心より感謝申し上げます。

学位審査に加えて研究室主催の研究進捗会や学協会の場において平素よりご指導とご助言を頂きました早稲田大学創造理工学部総合機械工学科 岡根利光客員教授(ものづくり大学)に心より感謝申し上げます。

公聴会および技術研究会に参加いただき、忌憚ないご意見、ご指導を賜りました、北岡山治博士、公益社団法人日本鑄造工学会 神戸洋史博士、鈴木理恵氏、日産自動車株式会社 林憲司氏、三菱マテリアル株式会社 坂本敏夫氏、松下彬博士、産業技術総合研究所 本山雄一博士、ユウアイ電子工業株式会社 塩田正彦博士、株式会社アーレスティ 三中西信治博士、リョービ株式会社 駒崎徹博士、株式会社豊田自動織機 鈴木智博博士、増田翔太氏、日本軽金属株式会社 武田好宏氏、渡邊知貴氏、日軽エムシーアルミ株式会社 堀川宏氏、日本イーエスアイ株式会社 伊藤彰宏氏、株式会社先端力学シミュレーション研究所 大浦賢一博士、東洋電産株式会社 鈴木聡氏、吉鶴龍哉氏、早稲田大学総合機械工学専攻 沖村康彦氏に、深く御礼申し上げます。

熱交換器用 Al 合金の凝固割れに関する研究テーマを頂きました、三菱マテリアル株式会社様、三菱アルミニウム株式会社様(現 MA アルミニウム株式会社様)に深く御礼申し上げます。共同研究において、忌憚ないご指導と有益なご助言を頂きました、三菱マテリアル株式会社 坂本敏夫氏、谷口兼一氏、松下彬博士に、心より感謝申し上げます。

非熱処理型 Al-Mg 系ダイカスト合金に関する研究テーマを頂きましたダイカスト用アルミニウム合金委員会の皆様に深く御礼申し上げます。凝固割れ性評価試験に関してご協力頂きま

した、株式会社大紀アルミニウム工業所 大城直人氏、宮尻聡氏、團野瑛章博士に、心より感謝申し上げます。ダイカスト試作のご協力に加えてダイカスト技術に関して懇切に指導頂きました、日産自動車株式会社 林憲司氏、芝浦機械株式会社 相田悟氏に、心より感謝申し上げます。

また本テーマ全体に関して暖かいご助言とご指導を頂きました、前委員長 北岡山治博士、委員長 大城直人氏(株式会社大紀アルミニウム工業所)、副委員長 西直美博士(ものつくり大学)、公益社団法人日本鋳造工学会 神戸洋史博士、元東京工業大学 手塚裕康教授、日軽エムシーアルミ株式会社 倉増幸雄氏、タケダ DC 技術研究所 武田秀博士に、心より感謝申し上げます。

供試合金および成分分析についてご協力頂きました株式会社大紀アルミニウム工業所様に深く御礼申し上げます。鋳造実験や試料分析においてご協力頂きました各務記念材料技術研究所の皆さまに心より感謝申し上げます。

長期にわたる研究生生活を支えてくれた吉田研究室の先輩方、同期、後輩に深く感謝致します。特に吉田研究室の先輩であるムハマドハイリファイズ教授(現 マラヤ大学)には、研究に関する有益な議論をさせて頂いただけでなく、公私問わず苦悩するときには励まして頂きました。同じ博士後期課程である沖村泰彦氏、後輩である新谷昌之氏には、研究生生活の中で種々のご協力頂きました。凝固割れグループの清水雅人氏、高取尚文氏、加藤青空氏、中川亮平氏、宮地諒輔氏、宍戸拓真氏、西村啓佑氏、土屋蒼氏、平野椋己氏、尾崎祥悟氏、熊木拓海氏、森悠太氏の協力なくして学位取得は成し遂げられなかったと思います。また吉田研究室の同期である白根玄理氏、阿部裕基氏、植田拓利氏をはじめ様々な方に公私ともに多くのご援助を頂きましたこと、心より感謝申し上げます。

最後に、博士後期課程への進学を理解し、応援してくれた両親に心から感謝いたします。

2023 年 2 月

永田 益大