

7000系アルミニウム合金半連続鋳造鋳塊での凝固割れ*

坂口 信人**

Hot Tearing in Direct Chill Casting Ingot of 7000 Series Aluminum Alloys*

Nobuhito Sakaguchi**

The initiation mechanism of hot tearing in direct chill casting ingots of 7000 series aluminum alloys was investigated. In 7000 series aluminum alloys, the temperature range between solidus (463°C) and 583°C was classified into brittle range on mechanical properties and deformation behaviors in semi solid state. The brittle range of 7000 series aluminum alloys was larger than that of other general aluminum alloys. In 7000 series aluminum alloys, the healing of the crack which initiated from shrinkage cavity was difficult to occur especially in the center of the direct chill casting ingot which was the last solidification part. Therefore, it was considered that the hot tearing in direct chill casting ingots of 7000 series aluminum alloys was easy to initiate the crack in the center of the ingot.

Keywords: semi solid state, deformation behavior, in situ observation, 7000 series aluminum alloys

1. 緒言

アルミニウム合金の半連続鋳造 (DC 鋳造) やダイカストなどの鋳造工程では、鋳塊に割れが発生することがある。この割れは「凝固割れ」と呼ばれ、1950年代から多くの研究者によってその発生メカニズムが調査されている^{1)~3)}。アルミニウム合金のDC鋳造では、凝固割れ性 (割れやすさ) および凝固割れの形態が化学成分によって異なることが経験的に知られている。例えば、1000系アルミニウムでは割れにくく、7000系および2000系アルミニウム合金などのいわゆる高力合金では割れやすい。また、高力合金では「中心割れ」もしくは「スタークラック」と呼ばれる鋳塊中心での割れが発生しやすく、5000系や3000系アルミニウム合金では「表面割れ」と呼ばれる鋳塊表面部での割れが発生しやすい。近年では、固液共存域での機械的性質および変形挙動 (応力-ひずみ線図など) を調査し、CAEによる凝固シミュレーションにそれらを組み込むことで凝固割れを予測する技術が検討されている^{4)~6)}。しかし、化学成分と凝固割れ性および凝固割れの形態の関係を調査した例はない。著者らは、これまで固液共存域での引張試験方法 (半溶融引張試験法) を考案し、1000系ア

ルミニウムや Al-4.5mass%Cu 合金の固液共存域の機械的性質および変形挙動を調査してきた^{7)~9)}。本研究では、7000系アルミニウム合金の固液共存域での機械的性質および変形挙動を調査し、7000系アルミニウム合金の凝固割れ性および鋳塊中央で凝固割れが生じやすいメカニズムを調査した。

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材として7055アルミニウム合金を基にMgおよびZnを調整した7000系合金 (以下、調整7055合金) を選択した。Table 1に示す化学成分の溶湯をDC鋳造により直径330 mm、長さ700 mmの円柱状鋳塊を鋳造した。その円柱状鋳塊の鋳肌近傍および中心を除いた定常部から90 mm×35 mm×300 mmの角材を切出し、幅3 mm、厚さ4 mm、長さ10 mmの平行部を有する引張試験片に加工した。Fig. 1に鋳塊のミクロ組織を

Table 1 Chemical composition. (mass%)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Zr	Al
0.06	0.09	2.34	<0.01	1.70	<0.01	8.88	0.04	0.12	Bal.

* 本稿の主要部分は、軽金属, 65 (2015), 492-497に掲載。

The main part of this paper was published in Journal of The Japan Institute of Light Metals, 65 (2015), 492-497.

** (株)UACJ 鋳鍛 鋳鍛工場 技術部, 博士 (工学)

Technical Department, Foundry & Forging Works, UACJ Foundry & Forging Corporation, Dr. Eng.

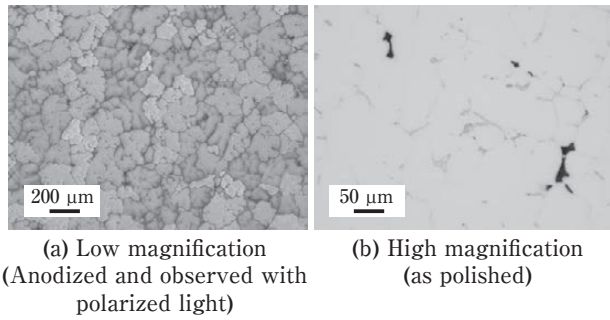


Fig. 1 Microstructure of ingot.

示す。鋳塊のミクロ組織はデンドライト形態を示し、結晶粒界およびデンドライトアーム間に晶出物が観察された。走査型電子顕微鏡 (SEM) に付属するエネルギー分散型X線分光器 (EDS) にて粒界の晶出物を分析したところ、Al, Zn, Cu, Mgが検出された。調整7055合金の固液共存域の温度範囲を調査するため、引張試験片を採取した部位の近傍から直径3 mm、長さ0.5 mmの円盤試料を作製し、Arガス雰囲気中、昇温速度0.33℃/sの条件で示差熱分析を行った。Fig. 2に示差熱分析結果を示す。固相線は463℃、液相線は635℃であり、調整7055合金の固液共存域は173℃の温度範囲であることが分かった。また、475℃付近を極小とするピークが確認された。Fig. 3に熱力学計算ソフトウェア (JMatPro V8.0, Sente Software Ltd.製) にて計算した調整7055合金凝固時の相変化を示す。なお、JMatPro V8.0での凝固計算は、Scheil-Gulliverモデルを使用している¹⁰⁾。Fig. 3にて、固相線は450.0℃、 α -Alの晶出温度 (示差熱分析での液相線に相当) は631.2℃であり、示差熱分析に近い結果が得られた。また、Fig. 3では468.0℃にて $\text{Mg}_2(\text{Zn}, \text{Cu}, \text{Al})$ と α -Alの共晶反応が確認された。そのため、粒界で観察された晶出物は $\text{Mg}_2(\text{Zn}, \text{Cu}, \text{Al})$ であり、475℃付近を極小とする示差熱分析のピークは $\text{Mg}_2(\text{Zn}, \text{Cu}, \text{Al})$ と α -Alによる共晶融解を示すと考えられた。

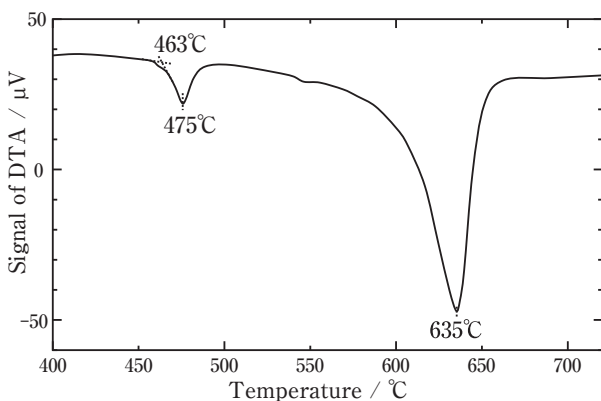
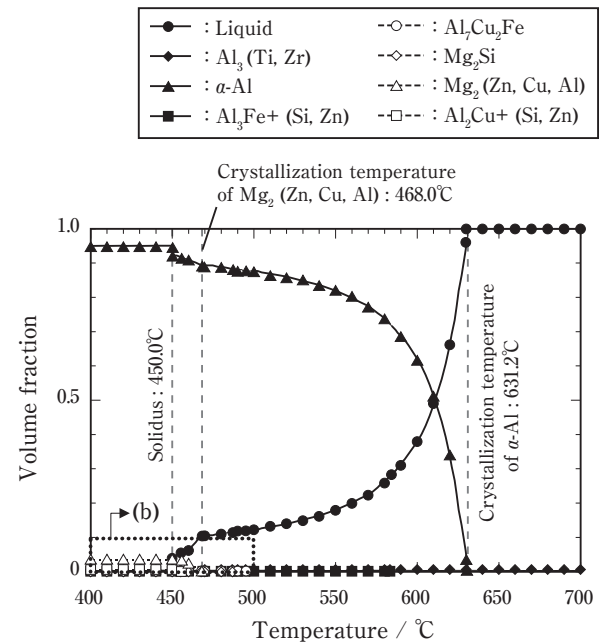
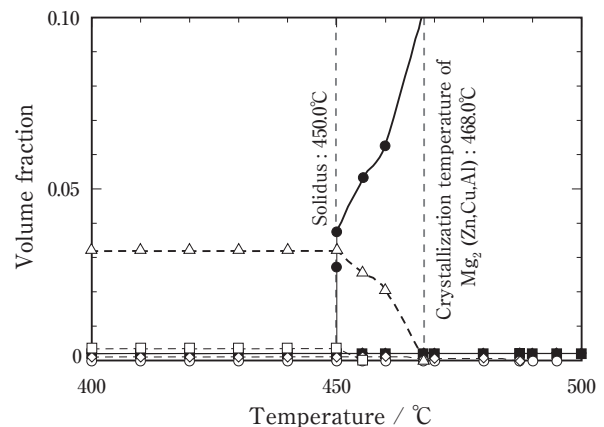


Fig. 2 Result of differential thermal analysis of ingot.



(a) Whole range of semi solid state



(b) Magnified near the solidus

Fig. 3 Calculation result of phase changing during solidification in arranged 7055 aluminum alloy by JMatPro V8.0.

2.2 引張試験

Fig. 4に本研究にて使用した引張試験機の概略図を示す。試験片をArガスで置換されたチャンバー内の治具上に設置し、赤外線ランプにより加熱した。この加熱方法では試験片と治具が同時に加熱されるため、治具への抜熱を考慮する必要がない。また、試験直前まで試験片を治具に固定しないため、試験片に熱膨張による応力は作用しない。Fig. 5に示す条件で試験片を加熱後、クロスヘッド速度0.05 mm/sで引張試験を行った。荷重は引張試験機のロードセルで検出した。伸びは試験片平行部にあらかじめ罫書いた評点の間隔を引張試験前後で比較して評価した。さらに、チャンバ

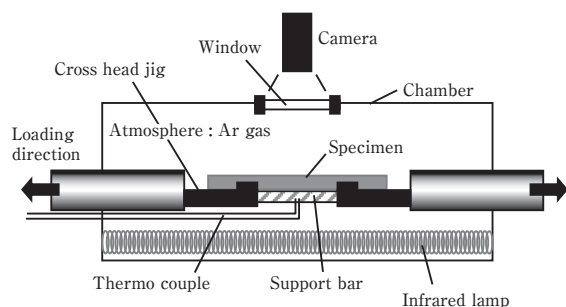


Fig. 4 Schematic drawing of tensile test machine.

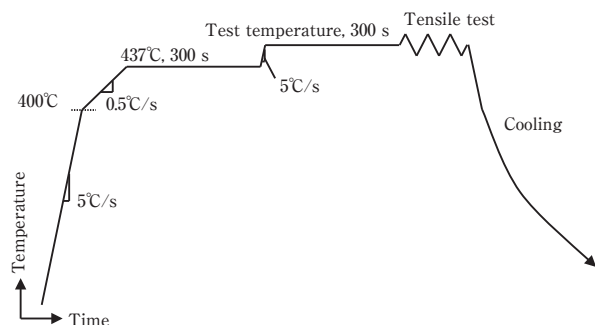


Fig. 5 Schematic drawing of heating profile for tensile test.

一上部のガラス窓から試験片の変形挙動をその場観察した。本試験方法の温度精度や伸び評価方法の詳細は、既報^{7),8)}を参照されたい。引張試験後の破面をSEM・EDSにて観察および分析した。

半溶融試験法では、試験温度までの加熱時および試験時に、ミクロ偏析の均質化およびメルトバック（一度溶解した粒界の偏析部が、均質化に伴い再凝固する現象）が生じる。そのため、得られる機械的性質は、実際の铸造時の凝固過程のものとは異なることが座間らにより報告されている⁵⁾。本研究の半溶融引張試験法でのミクロ偏析の均質化状況はAl-4.5mass%Cu合金にて調査されており、引張試験開始までの高温保持中に均質化が生じることが報告されている^{7),8)}。そのため、本研究の半溶融引張試験でも実際の凝固過程で得られる組織よりミクロ偏析が軽減された状態で機械的性質および変形挙動を評価していると考えられる。しかし、後述するように、示差熱分析で評価した固相線（463℃）と半溶融引張試験で引張特性が大きく変化する温度（463℃）に差異は確認されないため、本研究の半溶融引張試験法でのミクロ偏析の均質化が固液共存域の温度

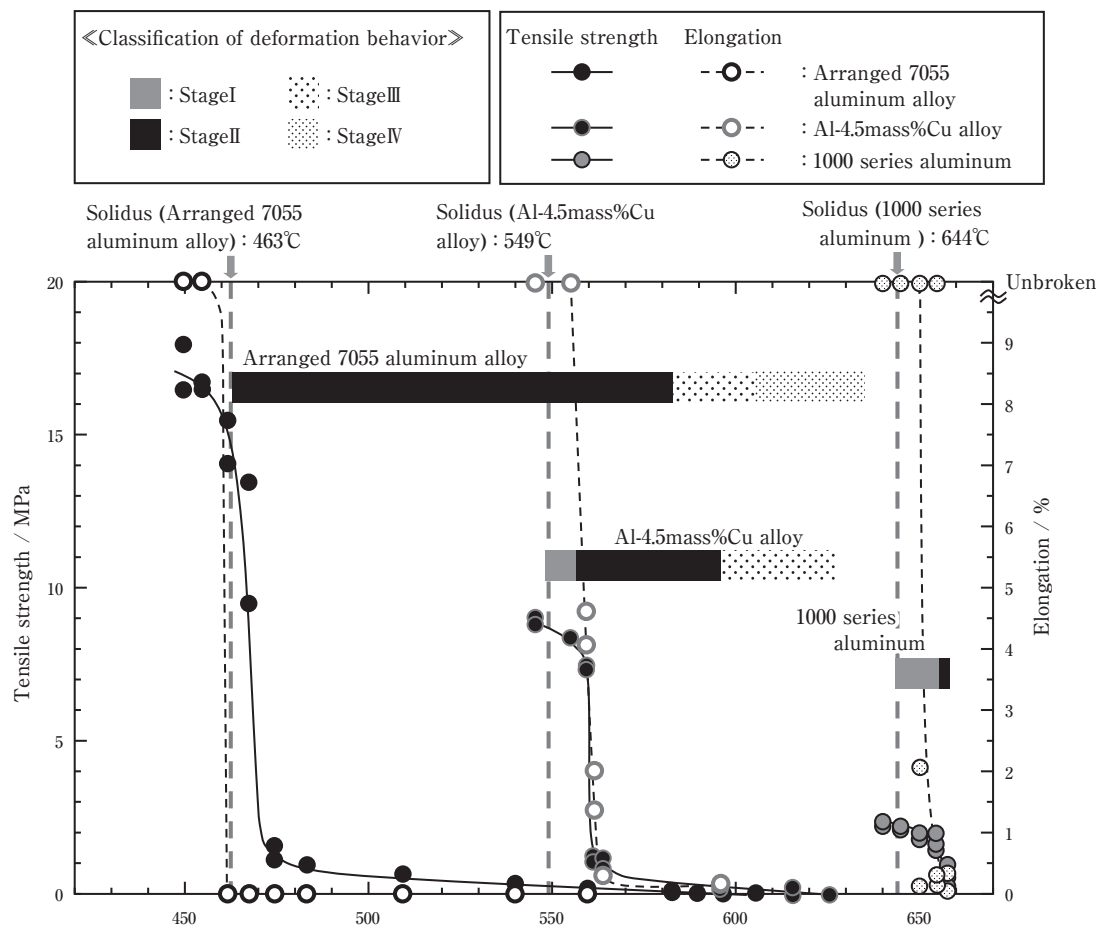


Fig. 6 Change in the mechanical properties and deformation behaviors of arranged 7055 aluminum alloy, Al-4.5mass%Cu alloy and 1000 series aluminum.

範囲や機械的性質および変形挙動の変化に与える影響は小さく、無視できると仮定し、実験を行った。

3. 結果

3.1 引張試験結果

Fig. 6に調整7055合金の引張試験結果を示す。また、Fig. 6には後述する変形挙動の分類結果および既に報告した1000系アルミニウムおよびAl4.5mass%Cu合金の結果⁸⁾を併記する。調整7055合金は固相線(463℃)以下(固相高温域)にて15 MPa以上の引張強さおよび試験機内で破断しないほどの大きな伸びを示した。しかし、伸びは固相線(463℃)上で急激に低下し、固液共存域では計測されなかった。また、引張強さは固相線(463℃)から475℃にかけて急激に低下し、475℃では1.3 MPaを示した。その後、引張強さは475℃から597℃にかけて緩やかに低下した。606℃では引張試験時に最大荷重を検出することできず、引張強さが得られなかった。なお、後述のように、調整7055合金では、583℃以上でヒーリング(液相によるき裂の回復)が観察され、き裂発生後も見掛け上試験片は破断せず、ある程度の変形を与えても液相により試験片が連結していた。しかし、本研究では、液相により試験片が連結している状態を、「試験片が変形している状態」とは判断しなかった。そのため、Fig. 6では、ヒーリングが生じる583℃

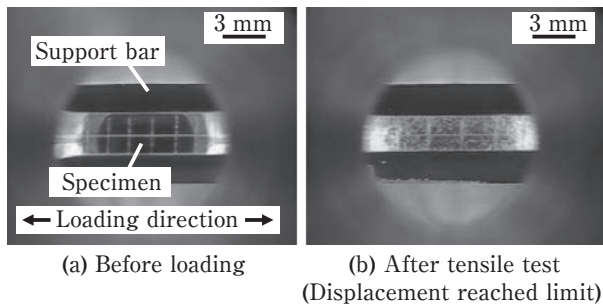


Fig. 7 Deformation behavior of arranged 7055 aluminum alloy tested in 455°C.

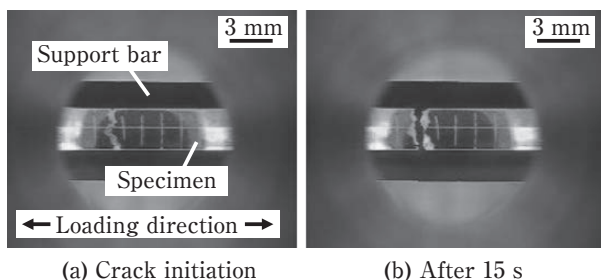


Fig. 8 Deformation behavior of arranged 7055 aluminum alloy tested in solidus (463°C).

以上の試験温度にて、伸びの値を記載しなかった。

3.2 その場観察結果

Fig. 7に455℃、Fig. 8に固相線(463℃)、Fig. 9に583℃、Fig. 10に606℃の引張試験のその場観察結果をそれぞれ示す。固相線(463℃)以下である455℃では試験片に非常に大きな均一伸びが生じていた。しかし、固相線(463℃)では、引張試験開始直後に脆性的に破断する様子が観察された。この脆性的に破断する傾向は、固相線(463℃)から560℃までの各試験温度で確認された。583℃ではき裂に液相が流れ込む様子が観察さ

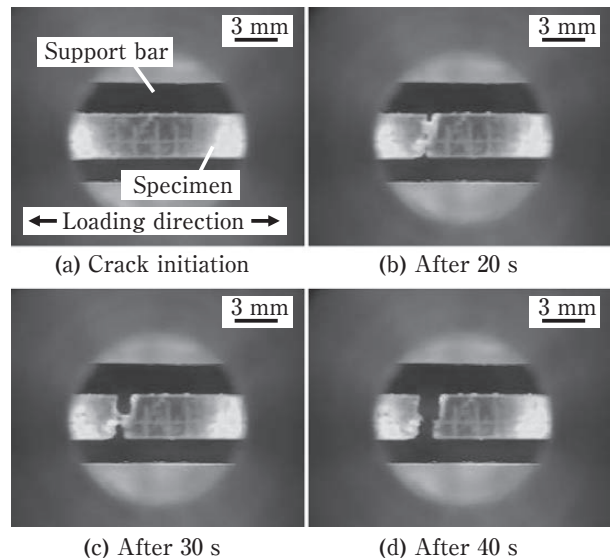


Fig. 9 Deformation behavior of arranged 7055 aluminum alloy tested in 583°C.

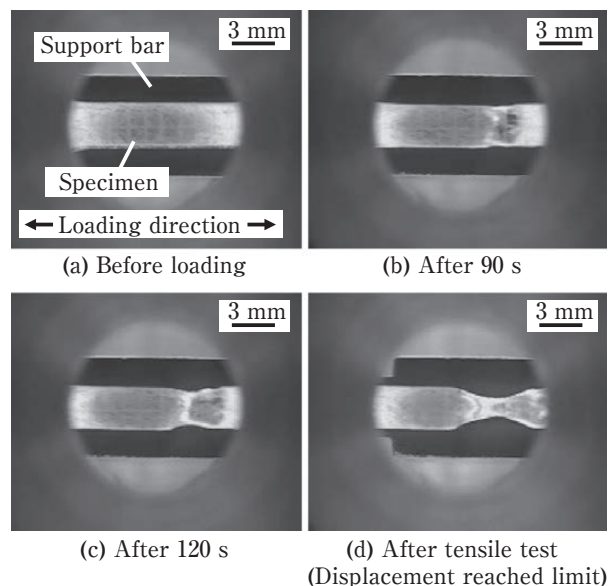


Fig. 10 Deformation behavior of arranged 7055 aluminum alloy tested in 606°C.

れた。そのため、調整7055合金では583℃以上でヒーリングが生じると考えられた。606℃では、初期に生じたき裂を起点にして試験片全体が砂時計型に変形し、き裂に流れ込む液相と固相の境界が不明瞭であった。そのため、606℃では試験片がいわゆるスラリーの状態であったと考えられた。

3.3 破面観察結果

Fig. 11に固相線(463℃)、468℃、475℃および483℃での引張試験後の破面を示す。これらの破面を比較すると、468℃以下と475℃以上で形態が異なった。固相線(463℃)および468℃の破面は、破面上に貼り付くような形態の晶出物が多数観察された。また、これらの晶出物からはAl、Zn、CuおよびMgが検出され、ミクロ組織で粒界に観察された Mg_2 (Zn, Cu, Al)であると考えられた。一方、475℃および483℃の破面は、固相線(463℃)および468℃のものと比較して、丸みを帯びた形態を示し、破面上に貼り付くような形態の晶出物は確認されなかった。また、475℃および483℃破面上の晶出物からは、Al、FeおよびCuが検出された。熱力学計算ソフトウェアの計算結果(Fig. 3)では、Al、FeおよびCuから構成され、475℃以上で形成する晶出物として Al_7Cu_2Fe が示されている。そのため、これらの晶出物は Al_7Cu_2Fe であると考えられた。

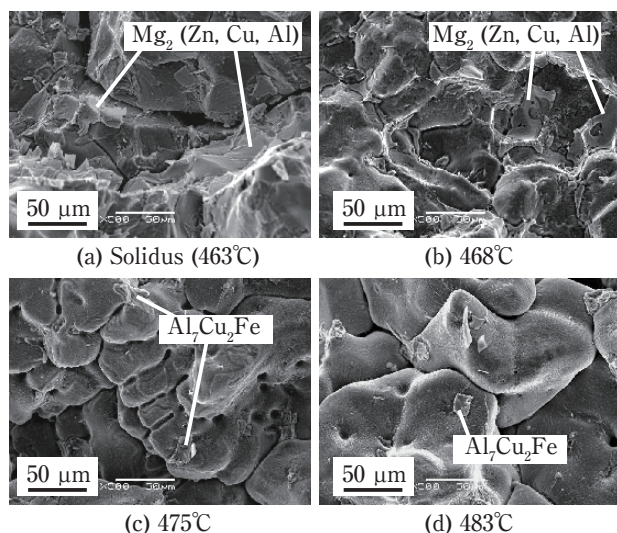


Fig. 11 SEM micrographs of fracture surfaces on arranged 7055 aluminum alloy in semi solid state.

4. 考察

4.1 調整7055合金の固液共存域での機械的性質

4.1.1 引張強さ

- ①調整7055合金の引張強さは、固相線(463℃)から475℃にかけて急激に低下した後、597℃にかけて緩やかに低下・消失する傾向を示した。
- ②示差熱分析(Fig. 2)では、固相線(463℃)から475℃にかけて晶出物の溶解が確認された。
- ③475℃以上では、破面の形態が丸みを帯びたものに変化し、破面上に貼り付くような形態の Mg_2 (Zn, Cu, Al)が観察されなかった。

以上のことから、調整7055合金における固相線(463℃)から475℃での引張強さの急激な低下は、粒界の Mg_2 (Zn, Cu, Al)の溶解に起因すると考えられた。また、475℃の破面では、Al-4.5mass%Cu合金の破面で確認されたような大きさ数 μm 程度の突起(固相連結部の痕跡)は確認されなかった^{7)~9)}。そのため、調整7055合金では475℃を超えると、破面全体が液膜で覆われ、固相連結部がほとんど失われると考えられた。また、475℃以上の引張強さの緩やかな低下は、Al-4.5mass%Cu合金で確認されたような、試験温度の上昇にともなう固相連結部の減少に起因するのではなく、固相の凹凸による物理的な引掛かりの溶解に伴う消失などに起因すると推定される。

4.1.2 伸び

調整7055合金では固相線(463℃)直下の引張強さがAl-4.5mass%Cu合金と比較して高い。そのため、粒界の晶出物が部分的に溶解した状態で外力が加わると、粒界に応力集中が生じて脆性的に破断すると考えられた。そのため、調整7055合金では粒界に液相が発生する固相線(463℃)にて伸びが急激に低下したと考えられた。固相線(463℃)および468℃の破面にて確認された破面に貼り付くような形態の晶出物は、部分的に溶解した晶出物が脆性的に破断した痕跡であると考えられた。475℃以上の温度では、粒界が液膜で覆われて固相連結部が消失するため、液相が変形を担い、固相部に変形が生じないと考えられた。

4.2 調整7055合金の固液共存域での変形挙動

引張強さ、伸び、引張試験のその場観察結果および破面観察結果から試験片の変形挙動をTable 2に示す4つの領域に分類した。なお、この分類は、既報^{7),9)}にてAl-4.5mass%Cu合金の固液共存域の分類に用いたものをその他の合金にも適用できるように改善したもの

Table 2 Classifications of deformation behavior in semi solid state⁸⁾.

Low temperature ↑ High temperature	Stage I	Large uniform deformation and high tensile strength are obtained.
	Stage II	Embrittlement with liquid film is occurred.
	Stage III	Healing behavior of crack by liquid phase flow is occurred.
	Stage IV	Surly zone. Specimen could not keep original shape.

Table 3 Classifications of deformation mechanism in semi solid state of Al-4.5mass%Cu alloy (previous classification)^{7), 9)}.

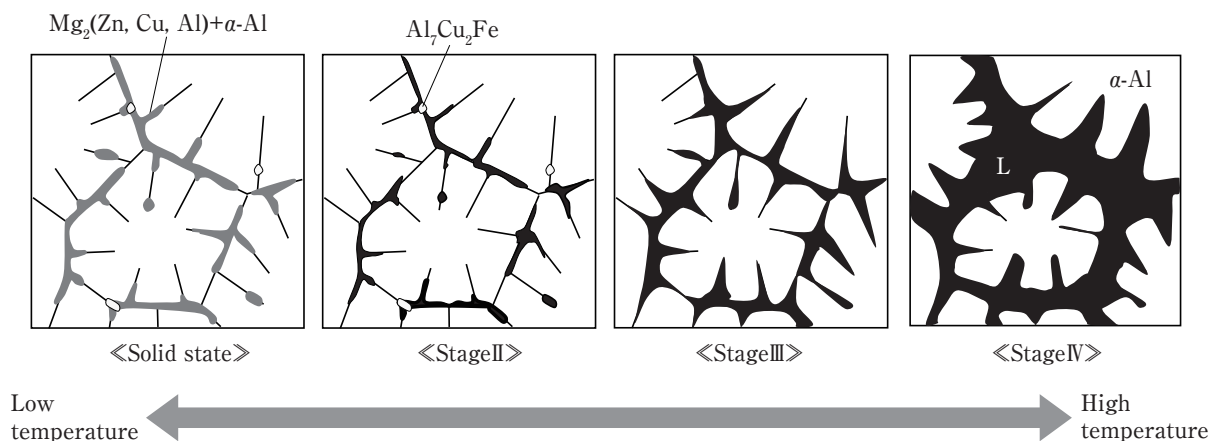
Low temperature ↑ High temperature	Stage I	Very large uniform deformation is occurred.
	Stage II	The strength of grain boundary decreases, and the ductility decreases remarkably. The ductile fracture in grain boundary occurs.
	Stage III	The strength decreases remarkably due to melting a part of grain boundary. Spikes which are unmelting part of grain boundary are observed on fracture surface.
	Stage IV	The strength and ductility decrease due to melting almost all grain boundary.
	Stage V	The healing, liquid flow into clacks or fracture surface, is observed. The migration of solid involving liquid flow is also occurred.
	Stage VI	The healing occurs.

である⁸⁾。Table 3に既報での固液共存域の分類を示す。Table 3では、部分的な溶解による脆化領域をその破面形態から Stage II、Stage III および Stage IV の3つに分類していた。しかし、調整 7055 合金では、固相線

から 475℃ の狭い温度範囲で粒界の Mg_2 (Zn, Cu, Al) の溶解が生じ、破面形態が大きく変化したため、破面形態の変化によって脆化領域を分類する Table 3 の分類方法を適用できない。そのため、Table 2 では Table 3 で 3 つに分けた脆化領域を統一し、Al-4.5mass%Cu 合金以外にも適用できる様に分類方法を変更した。調整 7055 合金では固相線 (463℃) にて伸びが急激に低下し、583℃ 以上でヒーリングが観察された。また、608℃ 以上では引張試験時に試験片の形状が崩れ、引張試験が成立しなかった。そのため、Table 2 の分類方法を適用すると、固相線 (463℃) から 583℃ までが Stage II、583℃ から 608℃ までが Stage III、608℃ 以上液相線 (635℃) 以下が Stage IV に分類された。また、同合金では固相線 (463℃) で伸びが急激に低下することから、固液共存域に Stage I に分類される温度域はないと考えられた。

4.3 調整 7055 合金の鋳造割れ性

Fig. 12 に調整 7055 合金凝固時の固液共存域での組織変化の模式図を示す。溶湯を冷却すると、液相線 (635℃) で α -Al が晶出する。Stage IV では固相率が低いため、 α -Al は溶湯中を浮遊し、いわゆるスラリーとなっている。Stage III (608℃ 以下) に達すると、固相率の増加に伴い、固相が液相の表面張力によって見掛け上連結し、いわゆるマッシーになる。Stage II (583℃ 以下) に達すると、固相率がさらに増加し、液相の流動が制限され、ヒーリングが生じなくなる。このとき、液相は固相のデンドライトアーム間および粒界に液膜として存在する。475℃ 以上の破面で観察された Al_7Cu_2Fe は、熱力学計算ソフトウェアの計算結果 (Fig. 3) から、Stage II で液相中に形成されると考えられる。さらに冷却が進み 475℃ に達すると、 Mg_2 (Zn, Cu, Al) と α -Al の共晶反応が生じ、液相率がさらに減少する。その後、

**Fig. 12** Schematic drawing of solidification of arranged 7055 aluminum alloy.

固相線(463℃)で凝固が完了する。この凝固過程にて、StageⅣおよびStageⅢでは凝固収縮による引け巣や外力によるき裂が生じて、ヒーリングにより回復するため、凝固割れは生じない。しかし、StageⅡではヒーリングが生じないため、引け巣やき裂は铸塊中に残存し、凝固割れの起点となる可能性が高い。

Fig. 13にDC铸造における7000系アルミニウム合金および一般的なアルミニウム合金(例えばAl-4.5mass%Cu合金)の凝固の模式図を示す。7000系アルミニウム合金では固液共存域が一般的なアルミニウム合金と比較して広いため、sumpが深くなる。また、StageⅡの温度範囲も一般的なアルミニウム合金と比較して広いため、sump内でのStageⅡの体積も大きくなると考えられる。そのため、7000系アルミニウム合金ではsump内のStageⅡで引け巣やき裂が形成された場合、液相が供給されるStageⅢおよび延性があるStageⅠ(固相域)までの距離が大きいため、引け巣は回復されず、き裂も進展しやすいと考えられた。一方、一般的なアルミニウム合金では、StageⅠおよびStageⅢまでの距離が近いいため、引け巣は回復されやすく、き裂も大きく進展できないと考えられた。一般的に、最終凝固部は、凝固収縮による引け巣の量および熱応力がその他の部位と比べて高くなる。そのため、7000系アルミニウム合金DC铸塊では、铸塊中央で凝固割れが生じやすいと考えられた。凝固割れ性は铸造方法(方案)に大きく影響されるため、他の铸造方法での凝固割れ性をDC铸造と同様に論じることは難しい。しかし、StageⅡが大きいと引け巣やき裂が铸塊中に残存しやすく、DC铸造以外の铸造方法でも凝固割れが発生しやすくなると推察された。そのため、このStageⅡの大きさはアルミニウム合金の凝固割れ性を示す指標

として利用できると考えられた。

5. 結 言

7000系アルミニウム合金の凝固割れ性および铸塊中央で凝固割れ生じやすいメカニズムを固液共存域の機械的性質および変形挙動の観点から調査した結果、以下の結言を得た。

7055アルミニウム合金を基にMgおよびZnを調整した7000系合金では、固相線(463℃)から583℃までの120℃が脆化領域に分類された。これは、他のアルミニウム合金(例えば、1000系アルミニウム:5℃, Al-4.5mass%Cu合金:45℃)と比べて広く、DC铸造時には、凝固殻内での脆化領域の体積が大きくなると考えられた。そのため、脆化領域内で引け巣やき裂が生じて、液相が供給される高温域および延性がある固相域までの距離が大きくなるため、引け巣は回復されず、き裂も進展しやすいと考えられた。DC铸造にて铸塊中央部は最終凝固部であり、凝固殻が深く、凝固収縮による熱応力もその他の部位と比べて高くなる。そのため、7000系アルミニウム合金では、铸塊中央での割れが生じやすいと考えられた。

参考文献

- 1) D. G. Eskin and L. Katgerman: Metall. Mater. Trans. A, **38A** (2007), 1511-1519.
- 2) 渡部智也, 木村亮介, 中澤嵩, 千葉浩行, 田中宗平, 植木徹, 鳥山隆成, 吉田誠: 軽金属, **58** (2008), 395-405.
- 3) 渡部智也, 木村亮介, 中澤嵩, 千葉浩行, 田中宗平, 植木徹, 鳥山隆成, 吉田誠: 軽金属, **58** (2008), 464-472.
- 4) 座間淳志, 中澤嵩, 利光万弘, 吉田誠: 軽金属, **61** (2011), 181-186.

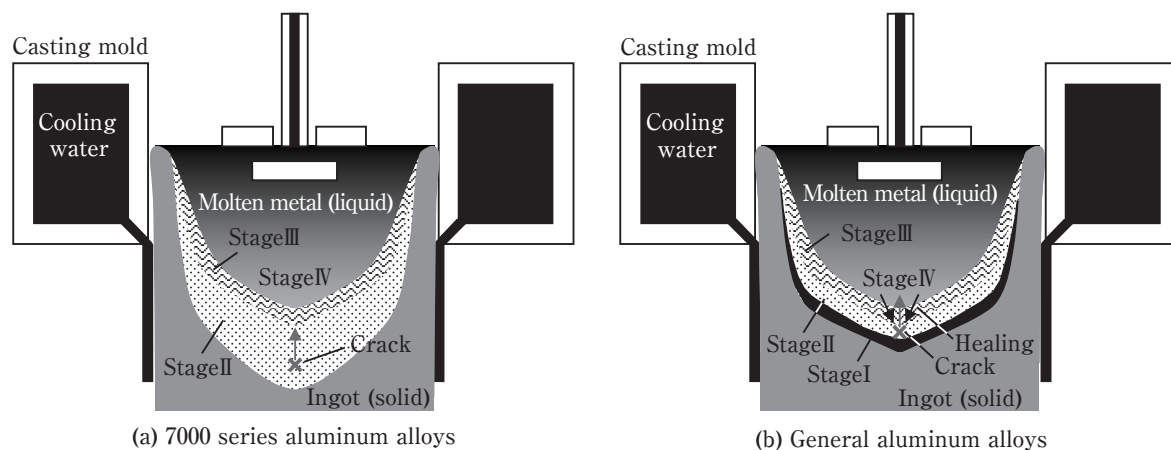


Fig. 13 Schematic drawings of solidifications of 7000 series aluminum alloys and general aluminum alloys in DC casting.

- 5) 座間淳志, 利光万弘, 渡部智也, 千葉浩行, 鳥山隆成, 吉田誠: 軽金属, **61** (2011), 446-451.
- 6) 高井量資, 松下彬, 柳田章吾, 中村浩一郎, 吉田誠: 軽金属, **63** (2013), 310-317.
- 7) 坂口信人, 常川雅功, 渡辺良夫: 軽金属, **61** (2011), 66-71.
- 8) 坂口信人: 住友軽金属技報, **53** (2012), 27-35.
- 9) 坂口信人, 常川雅功, 渡辺良夫: 軽金属, **63** (2013), 229-233.
- 10) 木島秀弥: 铸造工学, **86** (2014), 951-956.



坂口 信人 (Nobuhito Sakaguchi)
(株)UACJ 鋳鍛 鋳鍛工場 技術部
博士(工学)