技術報告

Al-8%Si合金薄肉鋳物の低温又は短時間で 共晶Si相を粒状化する熱処理技術

森中真	. 行*	大	城	直	人*2
宮 尻		重	野	瑛	音*2

Technical Paper J. JFS, Vol. 91, No. 6 (2019) pp. 356 ~ 361 DOI : 10.11279 / jfes.91.356

Thermal Treatment Technic for Granulation of Eutectic Si Phase in Low Temperature or Short Term of Al-8%Si Alloy Thin Casting

Mayuki Morinaka*, Naoto Oshiro*², Satoshi Miyajiri*² and Teruaki Danno*²

Currently, automobile bodies and frames are increasingly being manufactured using hypo-eutectic Al-Si alloy die casting. However, since cast products are thin, it is difficult to deal with distortion during heat treatment. One potential method of resolving this is to carry out heat treatment at a low temperature for a short time. Therefore, in this study, we attempted to clarify the effects of the heat treatment temperature and time on changes in the eutectic Si phase morphology (rod shape / granular shape) for water-cooled thin Cu mold castings, particularly die casting. The results showed that the eutectic Si phase may become granulated even at relatively low temperatures (350 to 450° C) in a short time (30 to 120 minutes).

Keywords : Al-Si alloy, eutectic Si morphology, granulation, low temperature-short time

1. 緒 言

Al-Si 系合金の鋳物には、機械的性質の改善を目的にし て熱処理が施される場合が多い. 重力鋳造及び低圧鋳造の 場合の多くは、溶体化の後に時効を行うT6処理である. T6 処理における時効条件(温度と時間)に関しては、多く の研究により機械的性質に及ぼす影響がほぼ明らかにさ れている1). しかしながら, 溶体化条件については一般に JIS 規格に従って、あるいは準じて行われることが多いよ うである.ただし、JIS 規格が肉厚や冷却速度の異なる全 ての鋳物に適応しているとは限らない. そのため, 猿渡ら²⁾ は450℃以上の範囲における調査を行った.しかしながら, このような低温度域における報告は少ない、そのため、例 えば AC4B 合金であれば,溶体化は 500℃で行われること が多い. これに関して山浦ら³⁾は, 100~400ppm 程度の Pb, Sn を含む AC4B 合金における DSC 分析を行い, 低融 点相の温度が 497℃であることを報告した. すると, JIS 規格に推奨される 500℃で溶体化を行った場合,低融点相 の融解が生じて機械的性質が著しく低下する可能性があ る. あるいは、そのような悪影響を及ぼさない場合でも、 過剰な温度と時間の条件は鋳物のコストに影響を及ぼす. そのため、可能であれば、より低い温度で短時間の熱処理 が望ましい.

自動車のボディやフレームの製造が行われ始めている^{4~7)}. これらの場合,鋳造製品が薄肉であることから,溶体化時 のひずみの対策に苦慮している⁶⁾.これを回避する方法の ひとつとして,低温で短時間の熱処理が望まれる. そこで本報では,今後の生産量の増加が期待される薄

また,最近では亜共晶 Al-Si 系合金ダイカストにより,

肉ダイカストを想定し,水冷させた銅鋳型を用いて肉厚 4mmの試験片を作製した.そして,共晶Si相の形態(棒 状/粒状)に及ぼす熱処理条件の影響を明らかにすること を試みた.

2. 実験方法

現在,自動車のボディやフレーム,あるいは延性のトラ ンスミッション部品⁸⁾などに使用されている Al-Si 合金の Si 量を参考にして,Al-8%Si 合金を溶製した.溶解原材料 は 99.99%Al と高純度の半導体用 Si ウェハである.これら を電気炉に設置した 20 番の黒鉛るつぼ内で溶解した.溶 解温度は 740 °C,溶解時間は 90 分間であった.溶解後, 溶湯温度を 720 °Cに低下させた.発光分光分析法により供 試溶湯の化学成分を測定したところ,Table 1 に示すよう に,Si 量は 7.67%, P量は 1ppm 以下であった.Fe 量は 0.02% であったが,他の元素 (Cu,Zn,Mg,Mn,Ni,Ti,Pb, Sn)量は 0.01% 以下であった.脱ガス,フラックス処理,

Table 1 Chemical analysis result of specimens (emission spectroscopic analysis method). 供試材の化学分析結果 (発光分光分析法).

Si-Sn:%					
Alloy	Si	Fe	Cu,Zn,Mg,Mn,Ni,Ti,Pb Sn	Р	Sr
Al-8%Si	7.67	0.02	<0.01	<1	0

微細化,改良処理は行わなかった.この溶湯を720℃に予 熱した2番の黒鉛るつぼを利用して鋳型に注湯した.この 際,溶湯にシース熱電対を浸漬し,溶湯温度が710℃に低 下した瞬間に注湯を行なった.

鋳型は自動車のボディやフレームなどのダイカストを 想定して、水冷回路を有する室温の銅型とした.その形状 をFig.1に示す.この鋳型は2枚の銅のブロックを合わ せたいわゆるブックシェルフ型である.その合わせ部に キャビティが形成されている.キャビティの上部は湯口兼 押湯である.この部分にはBNを薄く塗布した.この際、 下部の試験片部に付着しないように留意した.キャビティ 下部の薄板部(厚さ:4mm)が試験片となる部分である. 水冷回路(¢10の孔)は両ブロックともに形成されている. 冷却水は常温水で、通水量は50℃/秒であった.2つの銅 ブロックはボルトとナットで締結した.注湯時に表面温度 計を用いて計測した鋳型の温度は50℃以下であった.

得られた鋳塊の形状を **Fig. 2**に示した. 鋳塊の下部の 厚さ 4mm の平板部から試料を切り出した. 交点法により 求めたデンドライトの 2 時枝の間隔(*d*₂)の平均値はダイ



Fig. 1 Shape of copper mold (unit: mm). 銅製の鋳型の形状 (単位:mm).



Fig. 2 Observation position of shape of casting and microstructure (unit: mm). 鋳物の形状とミクロ組織の観察位置 (単位:mm).

 Table 2
 Heat treatment temperature and time.

 熱処理の温度と時間.

Temp. (°C)	time (min.)
350	180, 300
400	1, 30, 60, 120
450	1, 10, 30, 60
500	1, 5, 10, 30, 60

カストに近い 9µm であった. 熱処理の条件を Table 2 に 示した. これらの条件は JIS 規格に比較すると低温で短時 間である. 熱処理の直後に常温水に焼き入れを行ない, そ のミクロ組織を観察した.

3. 実験結果と考察

3.1 2 形態の共晶 Si 相

Fig.3はF材のミクロ組織を観察した結果である.本実 験における供試材はPを含まないことから、比較的多く の共晶 Si 相の形態は微細な棒状であった(図の左側). し かしながら, デンドライト状を呈する初晶 α-Al 相の樹内 には、比較的粗大な板状のSi相が存在した(図の右側). これは、水冷された銅型に注湯を行った際に生じる現象の ひとつと考えられる. すなわち, このような急冷の鋳型に 溶湯が接触すると、容易にノンファセットのα-Al相がデ ンドライト状に凝固する. その際, デンドライトの樹内で は、排出された Si 原子が熱的過冷により核生成して、共 品セルが成長するものと思われる.この場合,凝固潜熱は デンドライトを通じて比較的遅く鋳型に流れるものと考 えられる.また、樹外では高温の溶湯が流動している.そ れらのため、共晶セルの成長速度がやや遅くなることか ら, Fig. 3 の右側に示したように, 樹内の共晶 Si 相は, 比 較的粗大に成長したものと推察される.

一方,樹外を流動する高濃度の共晶融液は,低温の鋳型 に接触したにも関わらず,容易には凝固しなかったものと 考えられる.ファセット凝固する Si 相は,流動が停止し なければ凝固できないためと推察される.やがて注湯時の



Fig. 3 OM image of Al-8%Si alloy (F). Al-8%Si 合金のミクロ組織 (F材).

流動が停止すると, 鋳型の接触面における熱的過冷によ り, Si 相が核生成したものと考えられる. すると, 凝固 潜熱は直接的に鋳型に流れることから, 共晶セルの成長速 度は比較的速かったものと推察される. その結果, Fig. 3 の左側に示したように, 樹外の共晶 Si 相は微細な棒状を 呈したものと推察される. このように2種類の形態の共晶 Si 相が混在する現象は, 凝固時に流動を伴う際に生じや すいことが報告されている⁸⁾.

本実験はダイカストを想定したものである.そこで,2 種類の形態のうち,微細な棒状の共晶 Si 相を観察の対象 とした.そして以下に、ミクロ組織を観察することにより、 粒状に変化する熱処理条件についての検討を行った.

3.2 共晶 Si 相の粒状化に及ぼす熱処理条件の影響

Fig. 4 は熱処理温度が 350℃と低い場合の結果を示して いる. 熱処理時間は、(a) が 180 分間で、(b) は 300 分間 と長いものである. 両者とも粒状化していた. Fig. 5 は熱 処理温度が 400℃とやや低いの場合の結果を示している. (a) の 1 分間の場合,形態にほとんど変化が生じなかっ た. しかしながら、(b) の 30 分間,(c) の 60 分間,及び (d) の 120 分間の場合には粒状化していた. その状態を 3 次元的に示すため、(c) の 60 分間の試料を深腐食した後 に SEM 観察を行なった. その結果,Fig. 6 に示すように、 棒状であったと思われる共晶 Si 相が分断して粒状化して いた.他方,深腐食を行なったことにより、同図中に例示 したように、 α -Al 相内に板状の Si が存在していることが





Fig. 4 OM image of Al-8%Si alloy (350℃×(a)180min., (b) 300min.).





Fig. 5 OM image of Al-8%Si alloy (400℃×(a) 1min., (b) 30min., (c) 60min., (d) 120min.). Al-8%Si 合金のミクロ組織 (400℃×(a) 1分, (b) 30分, (c) 60分, (d) 120分).



Fig. 6 SEM image of Al-8%Si alloy (400°C×60min., Deep etched of Fig. 5 (c)).

Al-8%Si 合金の SEM 像 (400℃×60 分, Fig. 5 の (c) を深腐食した).

判明した. これは析出物が粗大な板状に成長したものと 思われる. Fig. 7 は熱処理温度が 450 °C とやや高い場合の > 2 つ 田 織の結果を示している. (a) の溶体化時間が 1 分間,及び (b)の 10 分間の場合の場合には,ほとんど変化が生じなかった.しかしながら,(c)の 30 分間,及び (d)の 60 分間になると、全体的に粒状化が生じていた. Fig.8 は熱処理温度が 500 °C と高い場合の結果を示している.熱処理時間が 1 分間の (a)の場合,共晶 Si 相の角が丸くなる程度であった.(b)の 5 分間でも顕著な変化は生じなかった.しかしながら,(c)の 10 分間,及び (d)の 30 分 間になると、分断と粒状化が生じていた.そして、(e)の 60 分間では凝集が始まっていた.なお、Fig.8の(d)の場合が顕著であるが、初晶 α -Al 相内に粗大な析出物と思われる相(過時効相)が観察された.

3.3 共晶 Si 形態と熱処理条件の関係

Fig. 9 は共晶 Si 形態(棒状/粒状)と熱処理条件(温度 と時間)の関係をまとめたものである.共晶 Si 相の形態は, いずれの熱処理温度においても,保持時間の増加にともな い板状から粒状に遷移した.また,遷移に要する時間は, 温度が低いほど長時間を要した.図中の破線は板状/粒状 の遷移傾向を示すため,便宜上記入したものである.

重力鋳造においては、一般に 500 ~ 530 ℃程度で数時間 の熱処理が行われている.その目的のひとつは共晶 Si 相 を凝集させることにより、相間隔を広くさせるためと説 明されている⁹⁰.すなわち、重力鋳造では冷却速度が遅い ことから、凝固した共晶 Si 相は粗大になりやすい.また、 Sr 添加などによる改良処理を行わない場合、合金中に不 可避的に混入している 7ppm 程度の P(AIP)¹⁰⁾により、多 くの共晶セルが不均質核生成される¹¹⁾.そのため、ひとつ の共晶セルの成長速度は遅い¹²⁾.すると、冷却速度が遅 いことが重畳されて、共晶 Si 相は粗大になる.この場合、 鋳物にひずみが付与されると、応力は初晶 α-AI 相に加え て、粗大な共晶 Si 相にもかかりやすい^{13,14)}.すると、共 晶 Si 相は脆性であることから、破壊もしくは α-AI 相との 界面が剥離する.これを回避するために、高温で長時間の



Fig. 7 OM image of Al-8%Si alloy (450°C×(a) 1min., (b) 10min., (c) 30min., (d) 60min.). Al-8%Si 合金のミクロ組織 (450°C×(a) 1分, (b) 10分, (c) 30分, (d) 60分).



Fig. 8 OM image of Al-8%Si alloy (500℃×(a) 1min., (b) 5min., (c) 10min., (d) 30min., (e) 60min.). Al-8%Si 合金のミクロ組織 (500℃×(a) 1分, (b) 5分, (c) 10分, (d) 30分, (e) 60分).



Fig. 9 Effect of heat treatment temperature and time on eutectic Si morphology in Al-8%Si alloy casting solidified with Cu mold.

銅型を用いて凝固させた Al-8%Si 合金の共晶 Si 形態に及ぼす熱処理温度と時間の影響.

熱処理により, 共晶 Si 相を粒状化するとともに, その間 隔を広くすることが必要になるというものである.

これに対して、本実験における P 量は 1ppm であったこ とから、共晶セルの核物質である AIP はほとんど形成さ れなかったものと思われる.そのため、共晶セルは溶湯内 においてほとんど不均質核生成されなかったものと考え られる.その結果、特に樹外の場合が顕著であるが、ひと つの共晶セルが大きく成長したことから、共晶 Si 相は速 い速度で成長したものと推察される.この場合、成長面は {100} あるいは {110} のノンファセット面で、多くの双 晶を伴いながら成長した可能性がある^{15~17)}.双晶は、自 由エネルギーが高い状態である.そこで、これを低下させ るため、低温で短時間の熱処理であっても、比較的容易に 粒状化したものと考えられる.この考え方に従えば、改良 処理を施した場合には、より容易に粒状化が行われる可能 性がある.また、この鋳物にひずみが付与された場合、共 晶 Si 相が 1μm 程度と微細であることから、応力は共晶 Si 相にかかりにくいものと考えられる.そのため、さほど凝 集させなくても良い可能性がある.すなわち、鋳物が使用 される状況にもよるが、本実験で示した程度の粒状化でも 実用に耐え得る製品もあるものと考えられる.本技術はそ のような鋳物を対象としたものである.ただし、過時効に なっていると考えられることから、α-A1 相内において粗 大な板状の析出物が形成されている可能性がある.その場 合は本技術のデメリットである.その現象に関する調査は 今後の課題としたい.

4. 結 論

本報では、ダイカストを想定した肉厚 4mm の水冷した 銅型鋳物を対象にして、Al-8%Si 合金の共晶 Si 相の形態 (棒状/粒状)に及ぼす熱処理条件の影響を明らかにする ことを試みた.その結果、比較的低温(350~450℃)で 短時間(30~120分)であっても、共晶 Si 相は粒状化す る場合があることが示された.

参考文献

- 1) 佃誠,小池進,原田雅行:軽金属 28 (1978) 8
- 2) 猿渡直洋,中山栄浩, 関谷英治:鋳造工学 83 (2011)
 622

- 山浦秀樹,嘉本勝三:鋳造工学全国講演大会講演概要 集 154 (2009) 96
- 4) 坂元哲夫,吉良慶二,神戸洋史:鋳造工学 76 (2004) 283
- 5) 高木潔, 今野善弘, 竹岡典弘, 松本健一: 軽金属 54 (2004) 117
- 6)金指研,田代政已,鈴木信男,松本茂,勝倉誠人,板 倉浩二:軽金属 59 (2009) 148
- 7) 浅井宏一,大杉泰夫,八下田健次:鋳造工学 82 (2010) 819
- 8) 森中真行, 豊田充潤: 鋳造工学 87 (2015) 627
- 9) 茂泉健, 手塚裕康, 里達雄: 鋳造工学 75 (2003) 397
- 10) 森中真行: 鋳造工学 74 (2002) 383
- 11) 森中真行, 豊田充潤: 鋳造工学 85 (2013) 147
- 12) 森中真行, 豊田充潤: 鋳造工学 84 (2012) 81
- 13) J. Gurland, J. Plateau: Trans. ASM 56 (1963) 442
- 14) 森中真行, 豊田充潤: 鋳造工学 89 (2017) 638
- 15) 森中真行, 豊田充潤: 鋳造工学 90 (2018) 17
- D. R. Hamilton, R. G. Seidensticker: J. Appl. Phys. 31 (1960) 1165
- 17) R. S. Wagner: Acta Met. 8 (1960) 57