

## ミクロポアがアルミニウム合金ダイカストの強度・延性に及ぼす影響の統計的解析

戸田, 裕之  
豊橋技術科学大学

小林, 正和  
豊橋技術科学大学

伊藤, 真也  
豊橋技術科学大学

中澤, 満  
慶応義塾大学理工学部

他

<https://hdl.handle.net/2324/1812239>

---

出版情報 : 鋳造工学. 82 (7), pp.427-432 , 2010-07-01. 日本鋳造工学会  
バージョン :  
権利関係 :

## 研究論文

## ミクロポアがアルミニウム合金ダイカストの強度・延性に及ぼす影響の統計的解析

戸田裕之\* 小林正和\* 伊藤真也\* 中澤 満\*\*  
青木義満\*\* 堀川 宏\*\*\* 鈴木 聡\*\*\*

## Research Article

J. JFS, Vol. 82, No. 7 (2010) pp. 427~432

## Statistical Analysis of Effects of Micropores on Strength and Ductility of Aluminum Alloy Die-castings

Hiroyuki Toda\*, Masakazu Kobayashi\*, Shinya Ito\*, Mitsuru Nakazawa\*\*  
Yoshimitsu Aoki\*\*, Hiroshi Horikawa\*\*\* and Satoru Suzuki\*\*\*

In this study, the effects of pores on strength and ductility were examined for an Al-Si-Mg alloy produced by a high-pressure-die-cast method with and without secondary intensified pressure. Tensile tests were performed using 25 specimens and correlations between the characteristics of all the pores in each specimen and mechanical properties were analyzed utilizing tomographic observations. The results showed a strong correlation between ultimate tensile strength and maximum pore diameter, and those between uniform and local elongations and porosity. The existence of coarse pores larger than 240  $\mu\text{m}$  in diameter resulted in significant reduction in tensile strength, whereas more moderate dependency was also observed for smaller pores. There seemed to be no definite correlation between 0.2% proof stress and the characteristics of pores, probably because pre-existing pores do not grow under such low stress/strain levels. Although high porosity inevitably exerted effects on uniform and local elongations, almost constant uniform elongation of 3 to 4% was observed above the porosity of 0.08%. Incidence of local elongation was observed only when porosity was less than 0.004%, above which local elongation was truncated immediately after the maximum load was attained. Since these behaviors were more sensitive to local characteristics of pores than to average ones, a specimen with a porosity level less than average happened to show significant reduction in the properties due to the existence of local pore clustering.

Overall, it can be concluded that ductile fracture is not strongly dominated by the existence of pores when pores are eliminated by intensifying pressure during high-pressure die-casting. On the other hand, it can be summarized that when pores are introduced to some extent, strength and ductility become sensitive to pores, especially to local porosity, regardless of whether there are coarse pores or not.

**Keywords :** Aluminum alloys, Die-casting, X-ray microtomography, Pore, 3D imaging

## 1. 緒言

鋳物材にある程度のポアが含まれることは、以前からよく知られている<sup>1)</sup>。さらに最近、X線マイクロトモグラフィによる3Dイメージングにより、シュリンケージ(収縮巣)状のポアがなく、かつ十分に展伸を経た材料でも最大で直径10  $\mu\text{m}$ 以上に達する球状のポア(いわゆるピンホール)が多数含まれることがわかってきた<sup>2~6)</sup>。このようなポアは、固体アルミニウムに通常含まれる過飽和な水素が主として転位や格子間位置にトラップされると同時に、分子状水素として材料内に排出されたものである<sup>4)</sup>。ポアは、凝固中や熱処理初期に分散粒子上に不均質核生成により発生し、そのサイズは水素内圧とポアの表面張力の平衡に基づき定まる<sup>4)</sup>。また、高温暴露中には、Ostwald成長により粗大化する<sup>4)</sup>。このようなポアは、圧延等の塑

性加工を十分に施しても、局所的に不均一な歪分布により完全には除去できないことも明らかにされている<sup>5,7)</sup>。

ところで、ポアが強度や延性に及ぼす影響は、以前からよく調べられている。例えば、Al-10%Mg合金鋳物でポロシティが0.1~0.3%の時に引っ張り強度が大きく変化することは、既に1950年代に報告されている<sup>8)</sup>。これ以降も、ポロシティやポアの平均直径等と材料の力学特性を関連させる研究<sup>9)</sup>は、枚挙にいとまがない。しかしながら、ポロシティー一つをとっても、その影響の程度には相反する評価があり<sup>8,10)</sup>、統一した理解が得られているとは言えない。例えば、粒子の破壊や界面剥離により発生したポイドが成長合体するというよく知られた延性破壊の機構について、実際にはその存在が見逃されていた内在ポアの単なる成長が支配的であったという意外な事実も、つい最近になって明らかにされたばかりである<sup>11)</sup>。このような例で

平成21年12月11日 原稿受理

\* 豊橋技術科学大学 機械工学系 Toyohashi University of Technology

\*\* 慶應大学 理工学部 Keio University

\*\*\* 日本軽金属(株) Nippon Light Metal Co., Ltd

は、ほとんどの内在ポアが力学特性に関与するため、その相関はむしろ比較的単純と言える。一方、鋳物材料ではポアの空間的分布は不均一であり、部材の中に存在する最も致命的な欠陥が全体の特性を規定すると考えるのが自然である。その場合、有限の体積の中にどの程度の致命的な欠陥が存在するかという統計的な理解は、容易に得られるものではない。

本研究では、ポロシティが大幅に低減された最近の高圧ダイキャスト鋳物を対象に、ポアと強度・延性の関係を研究する。このため、多数の試験片を用いた材料試験を行い、鋳物材料の強度・延性の統計的性質を明らかにする。これに加え、全ての試験片に含まれる全てのポアの性状を3Dイメージングにより把握し、1本の試験片に最大で数千個も含まれるポアの内、どのようなポアがいかにマクロな強度・延性を規定するかを解明する。

## 2. 実験方法

### 2.1 材料試験

供試材は、酸素吹き込みによるポアフリーダイキャスト(PFD)法で作製したAl-Si-Mg系合金鋳物である。その化学組成は、Al-9.0%Si-0.49%Fe-0.34%Mn-0.28%Mg-0.04%Cu-0.02%Ti (mass%)である。ポアの有無による機械的性質の違いを検証するため、鋳造時に増圧(78MPa)を行った試料(PM材)と、意図的に増圧せず、ある程度のポアを導入したものの(NPM材)の2種類をいずれもF材として用意した。標点間の断面が3×3mmで長さ3mmの角柱状の引っ張り試験片をPM材5本、NPM材25本作製し、試験に供した。ただし、PM材1本、NPM材4本は標点外で破断したため、実験結果から除外した。

引張試験は、クロスヘッド速度0.5mm/min、室温・大気中で行った。歪みは、非接触式の光学式変位計(分解能5 $\mu$ m)により検出した。試験片表面は、予め1500番のエメリ研磨紙で研磨した。得られた結果は、規格化定数： $\sigma_0=0$ (MPa)とする二母数ワイブル分布で整理した。なお、試験結果のランク付けは、平均ランク法によった。

### 2.2 ポアの3D観察

引張試験の前後で、試験片の標点間に存在する内部欠陥や破断面をX線コンピュータトモグラフィ(以降、CT)により3D可視化した。用いた装置は、SKYSCAN社製1072型である。98kV/100mAで駆動するX線管球から発生したX線を厚さ1mmのアルミニウムフィルターを通した後、試料に入射させた。撮像時の拡大倍率は60倍とし、1000×1000 pixelのCCDカメラを用い、試験片が180°回転する間に780投影(1投影あたりの露光時間5.6 sec)した。なお、得られた透過像はFeldkamp法で再構成し、画素サイズ4.6 $\mu$ mの3D画像を得た。得られた画像で粒子-基底界面の画素値の遷移を計測したところ、空間分解能は25.3 $\mu$ mであった。

次に、3D画像中のポアを二値化した後、全てのポアをラベリングし、体積、表面積、重心位置を測定した。体積、

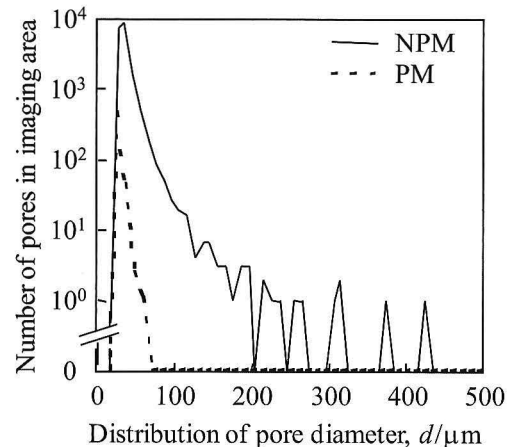


Fig. 1 Histograms of pore diameter expressed as equivalent diameter for sphere of equal volume.

Table 1 Results of quantitative analysis for pores in each specimen.

Specimen	Mean pore diameter, $d_{mean}/\mu\text{m}$	Largest pore diameter, $d_{max}/\mu\text{m}$	95% pore diameter, $d_{95\%}/\mu\text{m}$	Porosity (%)	Number density, $\rho/m^3$	Number of pores
PM-1	19.4	39.4	19.4	1.84E04	3.80E+08	15
PM-2	22.6	38.9	37.0	9.60E05	1.09E+08	4
PM-3	18.7	46.2	21.8	3.88E03	1.08E+10	439
PM-4	19.5	30.6	25.5	2.46E04	5.75E+08	23
NPM-1	23.4	152.4	36.1	1.79E02	1.26E+10	510
NPM-2	25.8	362.2	44.1	1.21E01	3.18E+10	1280
NPM-3	24.5	221.2	39.6	6.01E02	2.67E+10	1079
NPM-4	26.6	204.0	44.2	5.31E02	1.37E+10	553
NPM-5	25.2	248.6	42.6	7.39E02	3.75E+10	1517
NPM-6	27.8	303.2	53.0	1.78E01	2.81E+10	1136
NPM-7	23.4	125.2	37.7	2.37E02	1.94E+10	787
NPM-8	25.2	307.2	42.3	6.03E02	1.26E+10	510
NPM-9	23.7	135.5	39.6	2.95E02	2.30E+10	932
NPM-10	22.7	79.1	33.7	1.47E02	1.83E+10	742
NPM-11	23.3	94.9	37.2	1.03E02	7.91E+09	320
NPM-12	21.7	65.9	31.9	6.43E03	9.79E+09	396
NPM-13	23.5	97.0	38.0	1.33E02	1.11E+10	450
NPM-14	27.6	104.4	51.3	2.90E03	9.78E+08	39
NPM-15	23.2	65.6	39.8	5.22E03	5.07E+09	205
NPM-16	22.8	52.8	32.2	8.89E04	1.07E+09	43
NPM-17	23.3	128.9	35.3	3.03E02	2.90E+10	1174
NPM-18	22.1	109.1	32.9	4.97E02	6.84E+10	2768
NPM-19	24.4	414.1	38.8	1.53E01	4.90E+10	1981
NPM-20	22.2	94.6	31.8	8.22E03	9.32E+09	377
NPM-21	25.1	205.2	42.5	8.69E02	5.31E+10	2148
Ave.	23.5	149.0	37.1	4.01E02	1.92E+10	777

表面積の算出は、一定の画素値を有する表面を14通りの平面パターンに場合分けして多角形近似するMarching Cubes法<sup>12)</sup>によった。また、画像中のノイズの影響を避けるため、体積が6.67 voxel以上のポアを解析した。

## 3. 実験結果

### 3.1 ポアの3Dイメージング結果

各試験片の標点間に存在するポアを引っ張り試験前に撮像し画像解析した結果をTable 1にまとめて示す。Fig. 1には、全ての試験片に含まれる全てのポアについてポアサイズのヒストグラムを描いた。また、各試料で代表的な試験片のポア像をFig. 2に示す。PM材、NPM材の平均ポア径は、それぞれ20.1 $\mu$ m、24.1 $\mu$ mであり、大差はない。PM材では、最大ポア直径は平均で38.8 $\mu$ mであり、平均直径の1.9倍程度に収まっている。一方、NPM材では最大ポア直径が平均径の5~10倍に達する試験片が多数存在する。最大ポア径が100 $\mu$ mを越える試験片は14本あるが、そのように粗大なポアは各試験片で1ないし数個程度と限

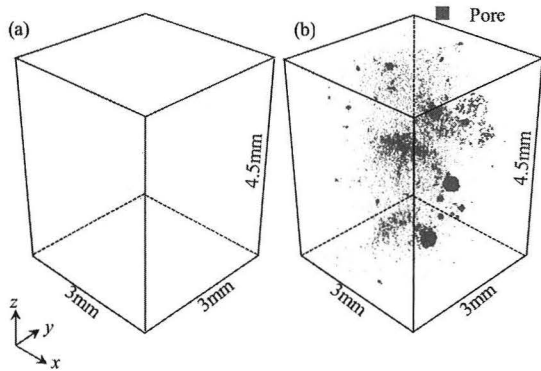


Fig. 2 3D perspective views of micropores in materials (a) PM and (b) NPM. Note that only micropores are extracted and shown here.

定的である。また、そのような試験片では、1本の例外を除き、ポア総数が500個を越えていた。

次に、各試験片に含まれる全てのポアの球相当直径を正規分布で近似し、ポア径の上位5%の存在確率に相当するポアサイズ： $d_{95\%}$ をもって最大ポア径と定義した。これは、有限の試料体積に含まれる最大ポア径を求める時に生じるであろう統計的誤差を避けるために導入したものである。Table 1に示す $d_{95\%}$ は、NPM材でも30~50 $\mu\text{m}$ 程度に収まっており、50 $\mu\text{m}$ を越える粗大なポアは非常に稀であることがわかる。一方、Fig. 1に示すように、数本の例外を除き、NPM材ではほとんどの試験片に比較的小さなポアの凝集部が含まれている。

ポロシティに関しては、NPM材では0.1%を越えるものが3本あるが、対照的にPM材ではおよそ0.0001~0.004%と非常に低くなっている。ただし、これらの数字

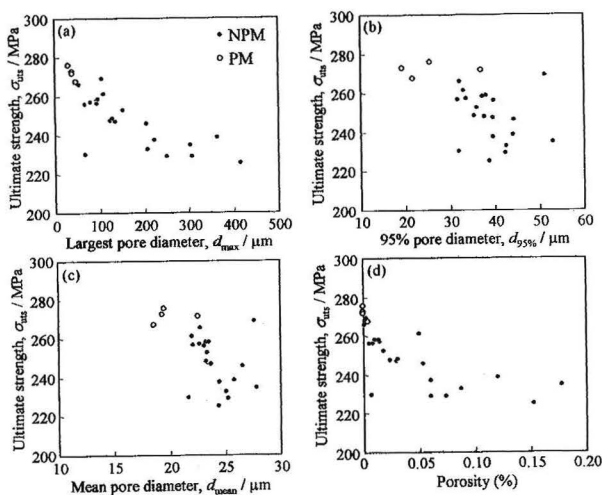


Fig. 3 Distributions of ultimate tensile strength as a function of four different parameters that represent characteristics on micropores. Largest pore size, porosity and mean pore diameter are chosen as parameters. Since the total number of micropores differ by specimen, the largest pore size is also defined as the upper limit of 95% confidence interval.

は、撮像光学系の有限な空間分解能を考え、しきい値以下の微細なポアをカットして求めているので、実際のポロシティよりは若干低い値になっている。

### 3.2 ポアの性状と強度・延性の相関性の解析

Fig. 3~6に、最大引張り強度、0.2%耐力、均一伸び、局部伸びと各試験片中の最大ポア直径、95%レベルの最大ポア直径、平均直径、ポロシティの関係を示す。まず、

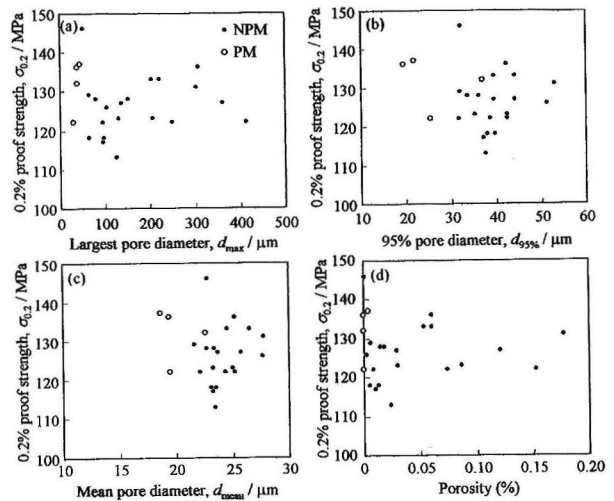


Fig. 4 Distributions of 0.2% proof strength as a function of four different parameters that represent characteristics on micropores. Largest pore size, porosity and mean pore diameter are chosen as parameters. Since the total number of micropores differ by specimen, the largest pore size is also defined as the upper limit of 95% confidence interval.

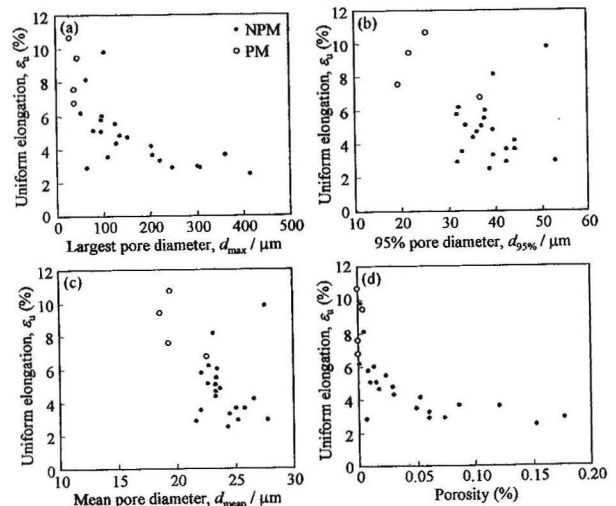
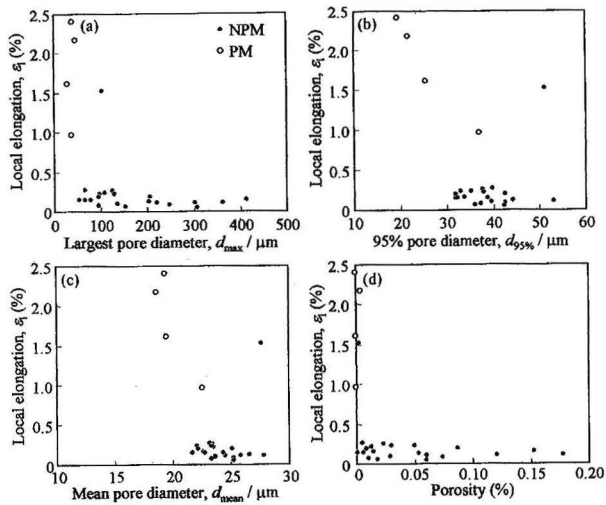


Fig. 5 Distributions of uniform elongation as a function of four different parameters that represent characteristics on micropores. Largest pore size, porosity and mean pore diameter are chosen as parameters. Since the total number of micropores differ by specimen, the largest pore size is also defined as the upper limit of 95% confidence interval.

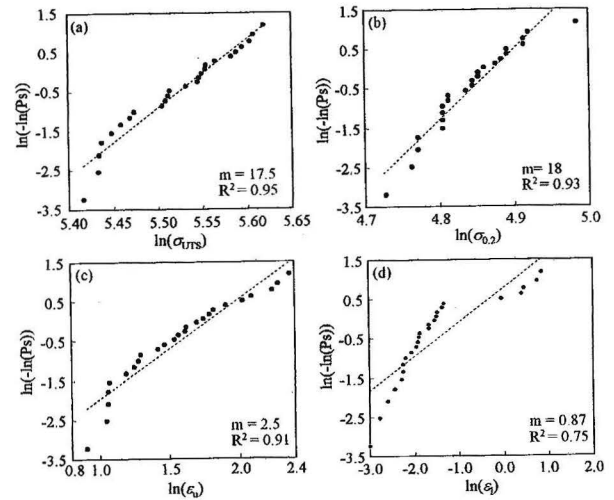


**Fig. 6** Distributions of local elongation as functions of four different parameters that represent characteristics on micropores. Largest pore size, porosity and mean pore diameter are chosen as parameters. Since the total number of micropores differ by specimen, the largest pore size is also defined as the upper limit of 95% confidence interval.

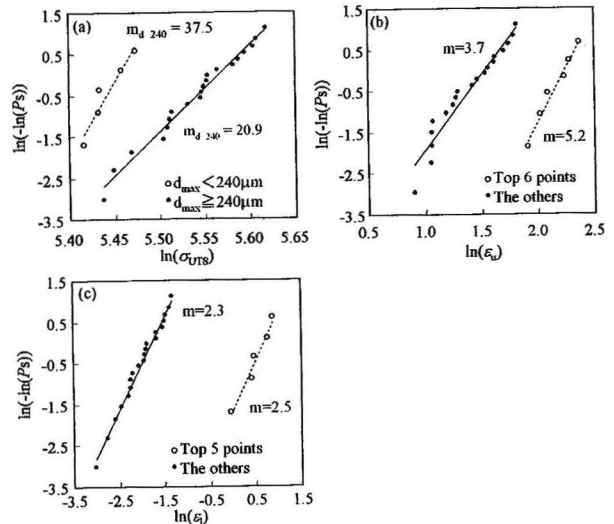
最大引っ張り強度は、最大ポア直径およびポロシティー、特に最大ポア直径との間に比較的良好な相関が認められ、逆に95%レベルの最大ポア直径と平均直径との間に明瞭な関係は認められない。また、0.2%耐力については、ポア性状への相関は低いようである。一方、均一伸び、局部伸びとも、ポロシティーおよび最大引っ張り強度、特にポロシティーと強い相関が認められる。局部伸びは、ポロシティーが0.004%以下の場合に約1~2.5%であり、それ以上の場合には0.3%以下と非常に小さくなっている。一方、均一伸びは、ポロシティーがおおよそ0.01~0.08%の時にポロシティーに比例する様な関係が認められる。ポロシティーがそれより低い9本の試験片では、1本の例外を除き、均一伸びがおおよそ6~11%と高くなっている。3.1で述べたように、最大ポア径が大きな試験片ではポロシティーも高い傾向にあるので、いずれの場合でも、最も相関が強いように見えるパラメータが支配的と思われる。

PM材とNPM材は製造条件が異なるが、ポロシティーが同程度のもの、例えばPM-3とNPM-15を比較すると、ポア数、最大ポア径なども同じオーダーとなっている。そこで、Fig. 7では、PM材とNPM材のデータを一纏めにし、ワイブルプロットした。まず、局部伸びで値の大きな5点が直線から大きくはずれていることに気付く。これは、Fig. 6で見られた傾向と合致している。均一伸びでも、値の大きな数点は直線からのずれがみられる。一方、最大引っ張り強度では、下位数点が直線からはずれているように見える。

次に、直線関係からはずれているように認められたデータを別のデータセットとして分離し、各物性値で2本の



**Fig. 7** Weibull plots of four properties. Note that both PM and NPM have been plotted together.



**Fig. 8** Revised Weibull plots of (a) ultimate tensile strength, (b) uniform elongation and (c) local elongation, representing two different plots in each figure that have been divided at folding points in Fig. 7. Note that only (a) has been divided at  $d_{max}=240\mu\text{m}$  that has been obtained from Fig. 3(a).

ワイブル分布曲線を描いた。これをFig. 8に示す。なお、最大引っ張り強度は、単純に分離するだけでは良い相関が得られなかった。そこで、Fig. 3の上位、下位を二本の直線で近似し、上下二本の相関係数がほぼ等しくなる位置( $d_{max}=240\mu\text{m}$ )でデータを分離してプロットした。まず、最大引っ張り強度では、ワイブル係数が17.7から20.9および37.5へと向上しており、相関係数も平均的に向上している。均一伸び、局部伸びについても、ワイブル係数はそれぞれ2.5から3.7と5.2、0.9から2.3と2.5へと、それぞれ向上している。これらから、ポロシティーの小さな数本の試験片(主にPM材)の延性はポア以外の要因が支配的であり、それ以外のものではポアが支配因子と推察される。Fig. 8(b)の左側のデータセットでは、依然として



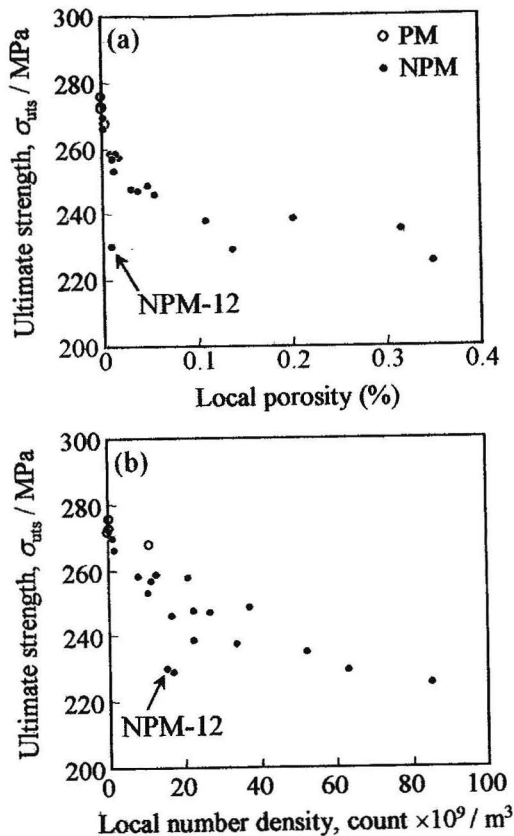


Fig. 9 Ultimate tensile strength as a function of local porosity and local number density of micropores obtained in vicinity of fracture surface. 380 slices were extracted in the direction perpendicular to the loading axis with the fracture surface as a center for this purpose.

均一伸びが小さな4点ほどが直線から逸脱しているように見える。これは、Fig. 5(d)でも、ポロシティーが0.08%以上では均一伸びがあまり変化しなかったのに対応している。すなわち、ポロシティーが0.08%以上と高くなっても、均一伸びが3%程度となるまではポアの成長が顕著には生じず、均一伸びはそれ以下には低下し得ないと考えられる。0.2%耐力とポア性状の相関が認められなかったのも、これと整合している。一方、最大荷重点以降では、わずかでもポアが存在すればその急速な成長・合体により局部伸びが打ち切られるため、局部伸びはほぼ0となる。また、引っ張り強度に関しては、直径240 $\mu\text{m}$ 以上の粗大なポアが強度を有意に低下させることは確からしい。これは、その近傍でポアの成長が促進され、より早期に変形局在化が生じるためである。また、それ以下の場合であっても、ポア周囲の応力場のサイズに応じると思われる、より穏やかな依存性が認められる。

3.3 ポア凝集の影響評価

破断後の試験片のトモグラフィー画像から破断面の座標を計測し、その中心から上下380断面(約1.75mm)の局所的なポロシティーと数密度を計測し、引っ張り強度と

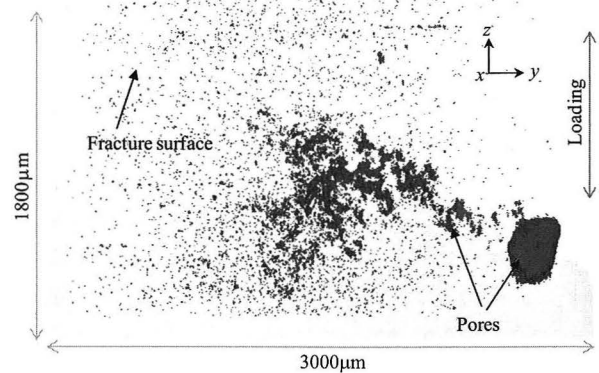


Fig. 10 3D perspective view of specimen NPM-6 viewed from lateral direction, representing correlation between micropore distribution and fracture surface. Note that only 0 to 450 $\mu\text{m}$  from the lateral surface is shown.

の関係を見た。これをFig. 9に示す。撮像領域全体で調べたFig. 3より、より明瞭な相関が認められる。数密度よりポロシティーでより相関が高いことから、比較的粗大なポアが凝集している所を破断面が選択して進展する傾向があるものと推察される。Fig. 10は、ポロシティー、数密度とも高いNPM-6のポアと破断面の3D画像である。 $d_{\text{max}} = 303.2\mu\text{m}$ の粗大なポアが表面近傍に存在する。破断面は、このポアと微細なポアの凝集部を縫うように形成されている。ところで、Fig. 9(a)では、局所ポロシティーが0.05%以下にもかかわらず、 $\sigma_{\text{UTS}}$ が230MPa程度と低いデータが1点認められる(NPM-12)。Fig. 10と同様な観察によれば、比較的表面に近い所にポアが凝集しており、その部分を破断面が通過していた。このように、比較的ポロシティーが低く粗大なポアがなくても、微細なポアの凝集部が早期の破壊を招く場合もあることが分かる。

4. 結言

Al-Si-Mg系合金ダイカスト鋳物のポア性状と強度、延性の関係を調べた。多数の試験片を用いた材料試験とその全ての試験片に含まれる全てのポア性状の3D画像解析を行い、それらの相関を解析した。最大引っ張り強度は最大ポア直径と、また均一伸び、局部伸びともポロシティーと、それぞれ強い相関が認められた。供試材では、直径240 $\mu\text{m}$ 以上の粗大なポアは引っ張り強度を有意に低下させるが、それ以下の場合でもより穏やかな依存性が認められた。0.2%耐力については、その程度の応力レベルでは内在ポアがあっても成長しないため、ポア性状との相関は低いという結果が得られた。ポロシティーが高いとポアの成長が生じて均一変形が打ち切られるため、ポロシティーレベルに依存して均一伸びが変化する。ただし、ポロシティー0.08%以上では、均一伸びは3~4%でほぼ一定となる。一方、局部伸びはポロシティー0.004%以下の場合にのみ発現し、それ以上の場合には、

最大荷重点以降で直ちに局部変形が打ち切られるため非常に小さくなる。このような傾向は、全体の平均的な情報よりも局所的な凝集の影響をより強く受けるため、平均的にはポアが少なくても、局所的な凝集の影響で特性が低下することも稀には生じた。

総じて、増圧や酸素吹き込みでポロシティが低減された高圧ダイキャスト鑄物では、その延性破壊はポアの存在にほぼ支配されないと言って良い。一方、それよりポロシティが高い場合、粗大なポアが含まれるかどうかにかかわらず、強度、延性はポロシティ、特に局所的な凝集に敏感となると結論される。

#### 謝辞

本研究の一部は軽金属奨学会助成金による。これを記して感謝する。

#### 参考文献

- 1) D. E. J. Talbot, D.A. Granger: *J. Ins. Metals*, 92 (1963), 290-297.
- 2) H. Toda, I. Sinclair, J.-Y. Buffière, E. Maire, K. H. Khor, P. Gregson and T. Kobayashi: *Acta Mater.*, 52 (2004), 1305-1317.
- 3) H. Zhang, H. Toda, H. Hara, M. Kobayashi, T. Kobayashi, D. Sugiyama and N. Kuroda, *Metall. Mater. Trans. A*, 38A (2007), 1774-1785.
- 4) H. Toda, T. Hidaka, M. Kobayashi, K. Uesugi, A., *Acta Mater.*, 57 (2009), 2277-2290.
- 5) H. Toda, K. Minami, K. Koyama, K. Ichitani, M. Kobayashi, K. Uesugi, Y. Suzuki, *Acta Mater.*, 57 (2009), 4391-4403.
- 6) H. Zhang, H. Toda, P.C. Qu, Y. Sakaguchi, M. Kobayashi, K. Uesugi, Y. Suzuki, *Acta Mater.*, 57 (2009), 3287-3300.
- 7) H. Toda, T. Yamaguchi, M. Nakazawa, Y. Aoki, K. Uesugi, Y. Suzuki, M. Kobayashi, *Mater. Trans.*, 51 (2010), in press.
- 8) Kubaschewski O, Cibula A, Moore DC. *Gases and metals*. London: Iliffe books, 1970.34.
- 9) S. G. Lee, G. R. Patel, A. M. Gokhale, A. Sreeranganathan and M. F. Horstemeyer, *Mater. Sci. Engng.*, A427 (2006), 255-262.
- 10) R.W. Ruddle and A. Cibula, "The Metallurgical Principles of the Control of Quality of Non-ferrous Castings", *J. Inst. Metals*, 85 (1956-57) 265.
- 11) H. Toda, H. Oogo, K. Uesugi and M. Kobayashi, *Mater. Trans.*, 50 (2009), 2285-2290.
- 12) W. Lorensen, H. Cline: *Computer Graphics*, 21 (1987), 163-169.