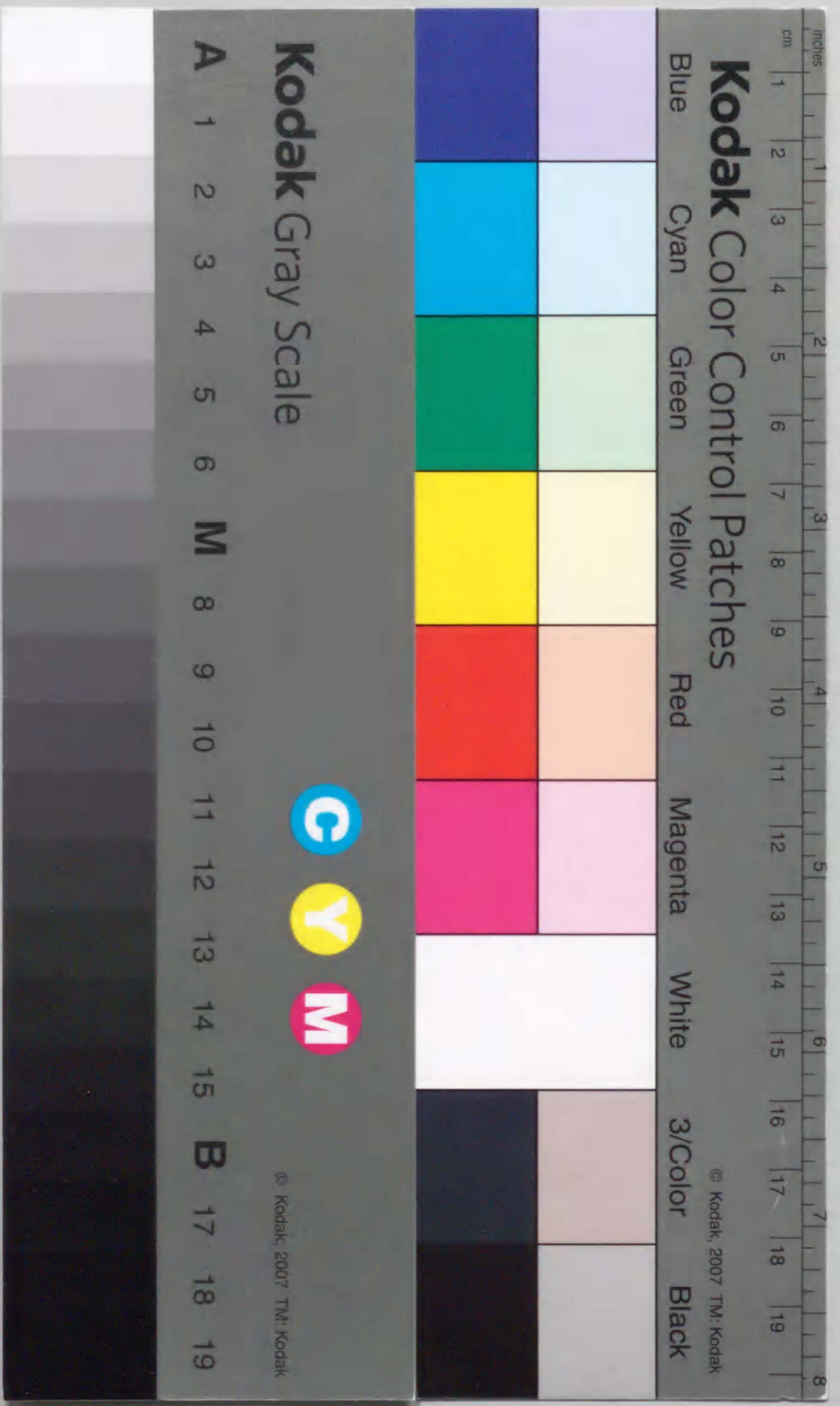


断熱鑄型方式による
新豎型半連続鑄造法の開発

1997年 3月

山下 友一



①

断熱鑄型方式による
新豎型半連続鑄造法の開発

1997年 3月

山下 友一

目次

第1章 序論	1
1. 1 はじめに	1
1. 2 連続鋳造法の概要と従来の研究	2
1. 3 本研究の目的	14
1. 4 本論文の構成	15
第2章 断熱鋳型方式による豎型半連続鋳造法の特性	18
2. 1 緒言	18
2. 2 実験方法	19
2.2.1 鋳造実験装置	19
2.2.2 鋳造実験方法	20
2.2.3 観察および測定項目とその方法	22
2. 3 実験結果	23
2.3.1 鋳造速度と鋳塊表面状態, 鋳塊径の関係	23
2.3.2 鋳塊の組織と偏析状態	26
2.3.3 冷却速度とDASの関係	30
2. 4 考察	31
2.4.1 鋳造条件と鋳塊表面状態, 鋳塊径の関係から見た凝固形態の推定	31
2.4.2 鋳塊の均質性	33
2.4.3 本鋳造法における冷却速度とDASの関係	35
2. 5 結言	40
第3章 断熱鋳型方式による豎型半連続鋳造法の凝固状態	42
3. 1 緒言	42

3. 2	実験方法	43
3.2.1	鑄造実験装置	43
3.2.2	鑄造実験方法	44
3.2.3	観察および測定項目とその方法	46
3. 3	実験結果	47
3.3.1	鑄造速度による鑄塊の外観および直径の変化	47
3.3.2	鑄造速度による凝固界面の形状、位置の変化	49
3.3.3	鑄型下端近傍における凝固状態	52
3. 4	考察	54
3.4.1	鑄造速度による凝固界面位置と鑄塊径の関係	54
3.4.2	本鑄造法における凝固モデル	55
3.4.3	各種鑄造因子の影響	58
3. 5	結言	62
第4章 6061アルミニウム合金連続鑄造鑄塊の		
	DASと結晶粒径に及ぼす鑄造速度と微細化剤の影響	64
4. 1	緒言	64
4. 2	実験方法	65
4. 3	実験結果	66
4.3.1	鑄造速度による結晶粒径およびDASの変化	66
4.3.2	微細化剤添加による結晶粒径およびDASの変化	67
4. 4	考察	68
4.4.1	結晶粒径およびDASに及ぼす鑄造速度の影響	68
4.4.2	結晶粒径およびDASに及ぼす微細化剤添加量の影響	71
4.4.3	結晶粒径およびDASの分離コントロール方法	73
4. 5	結言	75

第5章 6061アルミニウム合金連続鑄造鑄塊の		
	引張特性に及ぼす結晶粒径とDASの影響	76
5. 1	緒言	76
5. 2	実験方法	77
5. 3	実験結果	78
5.3.1	均質化処理における結晶粒径やDASによる組織の変化	78
5.3.2	結晶粒径による引張特性の変化	83
5.3.3	DASによる引張特性の変化	85
5.3.4	引張破断面の観察およびEDS分析結果	87
5. 4	考察	87
5.4.1	引張特性に及ぼす結晶粒径の影響	87
5.4.2	引張特性に及ぼすDASの影響	91
5.4.3	結晶粒径、DASと破断形態の関係	93
5. 5	結言	94
第6章 6061アルミニウム合金連続鑄造鑄塊の		
	引張特性に及ぼす均質化処理とDASの影響	95
6. 1	緒言	95
6. 2	実験方法	95
6. 3	実験結果	97
6.3.1	均質化処理条件とDASによる組織の変化	97
6.3.2	均質化処理条件とDASによる引張特性の変化	102
6.3.3	均質化処理条件とDASによる破断面形態の変化	104
6. 4	考察	106
6.4.1	引張特性に及ぼす均質化処理条件とDASの影響	106
6.4.2	破断形態に及ぼす均質化処理条件とDASの影響	110
6. 5	結言	112

第7章 総括および将来への展望	114
7.1 総括	114
7.2 将来への展望	120
参考文献	123
謝 辞	129

第1章 序論

1.1 はじめに

紀元前5000年から2000年頃既に発見され生産されていた銅、鉄の歴史に比べると、アルミニウムは1825年H.C.Öerstedによって金属として分離され、1886年C.M.HallとP.L.Heroultによって今日の精錬技術の基礎となっている溶融塩電解法が開発されてからわずか100年余りの若い金属である。しかし、その優れた特性によりこの100年間に急速な需要の伸びを成し遂げた。我が国について見れば、1887年（明治20年）に初めて地金が輸入され、国内で地金が初めて作られたのは1934年（昭和9年）である。第二次世界大戦前は航空機、その他兵器等の軍需物資向けという特殊な位置づけで生産されていたが、敗戦によりその製造が中止され、戦後のアルミニウム産業はその全てが民需用として新しく開拓されてきた市場と云ってよい。図1-1に1950年から1995年までのアルミニウム製品の生産

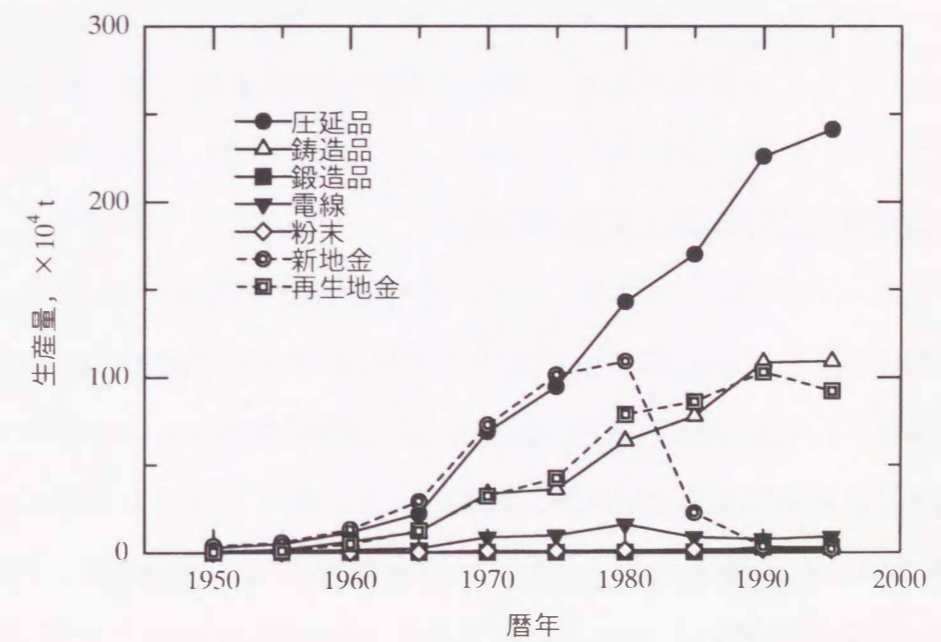


図1-1 アルミニウム製品の生産量推移

量推移を示す¹⁾。戦後のアルミニウム産業史の中で特筆されることは、度重なるオイルショックで電力価格が上昇し、アルミニウム新地金の市場価格競争力が急激に低下したことによるアルミニウム精錬の崩壊である。100万t強もの巨大生産設備が数年で消滅したことは世界産業史から見ても希有な出来事であった。しかし、アルミニウム精錬の崩壊を横目で見ながらもアルミニウム製品の生産量は増加の一途をたどり、ここ45年間で約100倍もの驚異的な伸びを示し、1995年の総需要は396万tにも及んでいる。特に圧延品と鋳造品の伸びが大きく、現在の需要内訳は約70%が圧延品、鍛造品、電線等の展伸材であり、残り約30%が鋳造材である。中でも圧延品の生産量が1995年で241万tにも及んでおり、その内の約1/2が板製品で約1/2が押出製品となっている。これら圧延品、鍛造品、電線等の展伸材向け素材としては主に連続鋳造法による鋳塊が用いられている。その生産量としては、堅型半連続鋳造法による圧延用鋳塊（スラブ）と押出用鋳塊（ビレット）が圧倒的に多いと推定され、鋳塊の組織が均一で欠陥が少ない等の品質面が優れていることや生産性が良く大型化も可能であることから、現在も堅型半連続鋳造法は加工用素材製造法の主力技術の地位を占めている。近年、生産の効率化や自動化を目的とし、連続的にスラブ、ビレット、厚板や粗線材を鋳造するいわゆる連続鋳造法も多く開発されており、今後もアルミニウム加工用素材製造法の主力として連続鋳造技術の研究、開発が続くものと思われる。

1. 2 連続鋳造法の概要と従来の研究

連続鋳造法は歴史的にかなり古くから考案されており、1850年頃、板ガラスの製造法から発想を得たH.Bessemer²⁾が、2つの水冷ロールの間に溶鋼を流し込んで鋼板を連続的に製造したのが始まりとされている。その後、1935年のAlcoa社、VLM社の連続鋳造法³⁾にその工業化の始まりを見ることができる。以来60年間、低融点で扱いやすいアルミニウムが鉄鋼より先行して盛んに研究され、多くの連続鋳造プロセスが実用化されてきた。その中でも、現在のアルミニウムにおける連続鋳造法の主流のプロセスは堅型半連続鋳造法である。この連続

鋳造法は名前が示すとおり、鋳造方向が堅方向で、ある一定長さの鋳塊を鋳造すると一旦鋳造を中断するバッチスタイルの連続鋳造法である。このスタイルは前述のAlcoa社、VLM社の連続鋳造法から引き継がれているものであり、鋳塊の大型化、多連化が可能で高生産性に特徴がある方法である。

この堅型半連続鋳造法の代表的な方法であるDC鋳造法（Direct Chill Casting）の概略を図1-2に示す。水冷された鋳型内にボトムブロックをセットし、溶湯を鋳型内に注湯後徐々にボトムブロックを降下させ、鋳型下端から冷却水を噴出させて鋳塊を連続的に凝固、冷却する鋳造方法である。鋳型への溶湯の供給は分配鍋からスパウトを通して行い、鋳型内の溶湯のレベルをコントロールする方法として、スパウト出口に耐火物製フロー

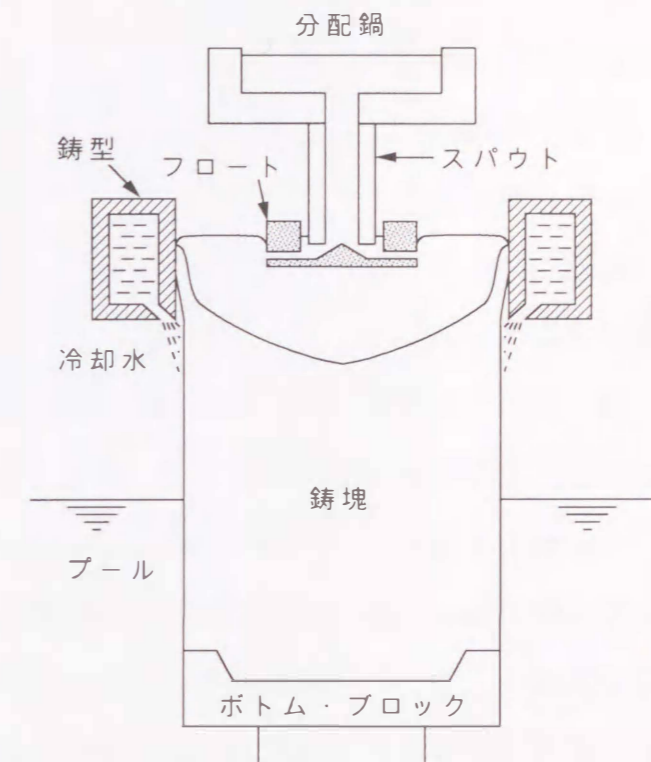


図 1-2 DC鋳造法の概略図

トを取り付けその浮力を利用したり、スパウト入り口にコントロールピンを挿入して流入量を制御する方法がある。鋳型内に流入した溶湯は、水冷鋳型の冷却（1次冷却）により凝固殻が形成され、鋳型下端からの直接水冷（2次冷却）によって大部分の凝固が行われる。このDC鋳造法は後述するように品質面でいくつかの問題点があるものの、幅広い各種合金に対応できることや鋳塊の大型化に容易に対応できるため、スラブやビレットの鋳造の主流となっている。

これまでアルミニウムの連続鋳造法に関する研究や開発は多くの企業や大学で行われているが、その内容は主に鋳造プロセスに関するものが多い。その研究、開発内容はプロセスの形態で分類すると二つある。一つは現在の主流である堅型半連続鋳造法であるDC鋳造法の大規模、大量生産、高効率化や鋳塊品質向上の

ための半連続铸造プロセスの研究, 開発の流れであり、もう一つは水平連続铸造法や連続铸造圧延法などの連続性による自動化, 効率化を追求したどちらかといえば中小規模の連続铸造プロセスの研究, 開発の流れである。前者については多くの凝固メカニズムや铸塊品質に関する研究報告が見受けられるが、後者に関してはノウハウ的な内容が多いためかプロセスの概要的な報告が多く、詳細な研究報告が少ない傾向にある。

竖型半連続铸造法は歴史が長いだけあって多くの研究がなされており、基本的にはDC铸造法特有の冷却構造による各種品質問題、特に铸塊表面近傍における諸問題の発生原因解明として凝固メカニズムの研究が多く行われている。この凝固メカニズムの研究の成果が铸造プロセスの改良へとつながっている。

DC铸造法の基本的問題点とは、铸型内に流入した溶湯が水冷铸型の冷却（1次冷却）により凝固殻が形成され、铸型下端からの直接水冷（2次冷却）によって大部分の凝固が行われる冷却の二重構造である。当然、铸造温度、铸造速度、铸型内の溶湯レベル、冷却水量や冷却水温などの铸造条件や潤滑油なども重要な因子ではあるが、この铸型冷却（1次冷却）と直接水冷（2次冷却）による冷却の二重構造が基本的な因子となって铸塊品質に大きく影響している。図1-3にDC铸造法の代表的な铸塊表面欠陥を、図1-4に铸塊表面近傍のマクロ組織の一例を示す。一般的にアルミニウム合金のDC铸塊の組織は表面から順に、

- a) 表面（発汗、焼き付き、コールドシャット等）
- b) チル層
- c) 粗大セル層（サブサーフェスバンド）
- d) 微細セル領域（通常組織）
- e) 逆偏析層（上記a, b, cに対応した成分偏析層）

と分けられる。特に铸塊表面近傍は後の加工品の品質上、極力欠陥が少なく均質なものが求められるが、上記欠陥は不可避のものであり圧延においてはスラブ表面を面削して品質を維持しているのが現状である。これまで、これら欠陥、異常組織について多くの研究がなされ、以下のような生成メカニズムが解明されている。

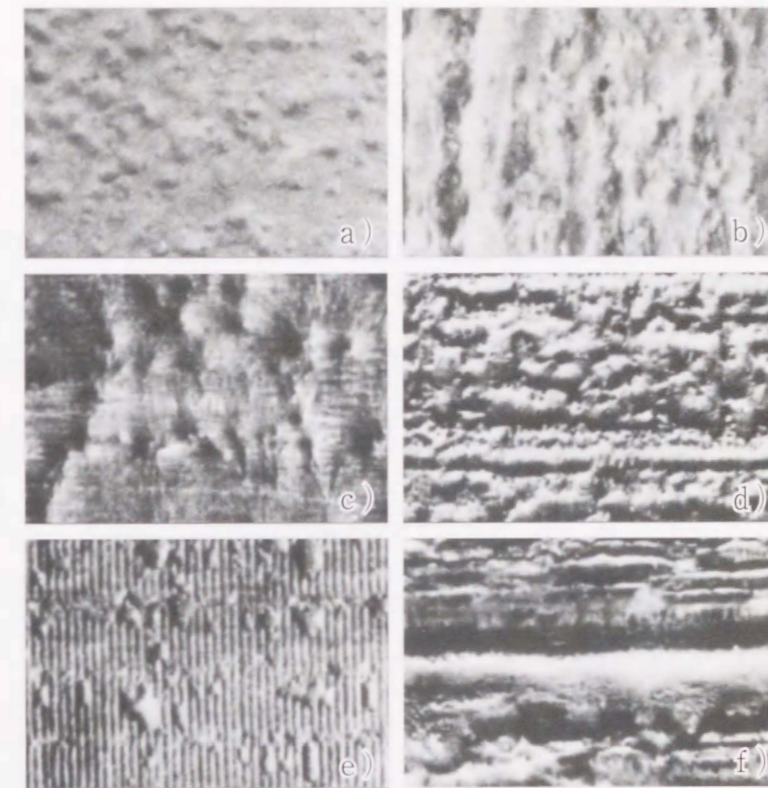


図 1-3 DC铸造铸塊の代表的な铸塊表面欠陥

- a) ブレップ b) 焼き付き
- c)~e) 発汗 f) 周期的発汗

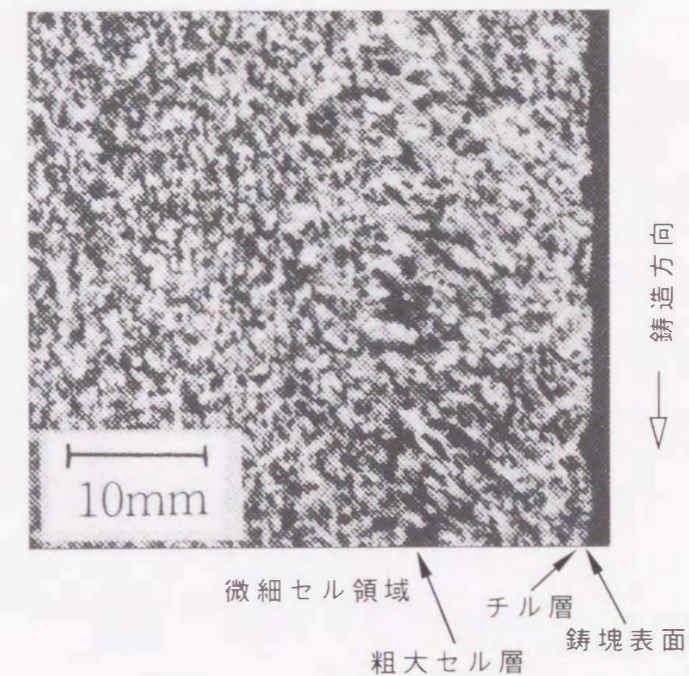


図 1-4 DC铸造铸塊の表面近傍のマクロ組織

1) 発汗

鑄塊の表面に発生する発汗は、**図1-5**に示すように鑄型の冷却によって生成した凝固殻が収縮して生じた鑄型間のエアギャップにより鑄型からの冷却が減少し、溶湯プールからの熱で凝固殻の局部的再溶融が生じ、低融点の融液が鑄塊表面に浸みだしたものであるとされている^{4), 5), 6)}。この発汗現象は合金系や溶質濃度によってその形態に違いがあり、発汗帯⁷⁾、ブレップ⁷⁾、縦発汗、横発汗⁸⁾などと称されている。発汗は、凝固殻の局部的再溶融が原因であることから鑄造条件と密接に関係しており、特に鑄型内の湯面レベル、鑄造速度の影響が大きく、湯面レベルが高い、鑄造速度が遅い場合に発生しやすいとされている⁹⁾。

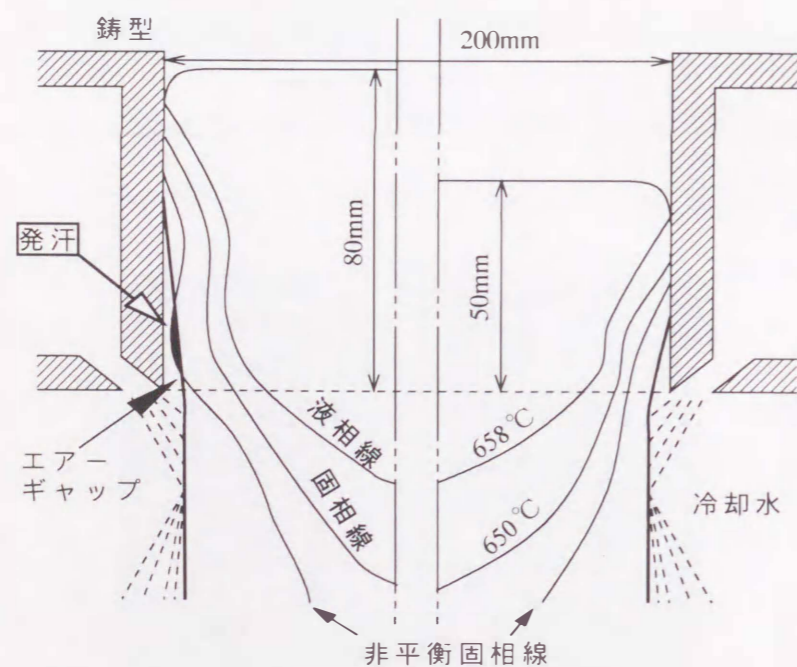


図 1-5 鑄型内温度分布に及ぼすメタルヘッドの影響
 <メタルヘッドが高いとエアギャップによる凝固殻の再溶融が生じる>

2) 焼き付き

鑄塊表面と鑄型との摩擦力が凝固殻の強度を越えると発生するとされている¹⁰⁾。焼き付きの程度が強くなると面状にえぐられたようなひきつりとなる。潤滑油、鑄型表面状態の影響が大きく、鑄塊と鑄型間の摩擦低減が発生防止のポイントとなる。

3) コールドシャット

鑄型内の溶湯の熱容量が減少し、凝固がメニスカスの部分まで進行して固まり、その上に溶湯がかぶさっていくことにより生成する。鑄造速度が遅い、湯面レベルが低い、鑄造温度が低い場合に生じやすい¹¹⁾。

4) チル層

溶湯が鑄型に接触して急凝固して生じる。湯面レベルが低いほど厚さは薄くなる。

5) 粗大セル層

凝固殻が収縮して生じた鑄型間のエアギャップにより鑄型からの冷却が減少した徐冷域に生じる⁴⁾。結晶粒やデンドライトアームスペーシングがともに粗い。湯面レベルを低くしてエアギャップの生成を抑えることにより厚さを薄くすることができるが、低くし過ぎるとコールドシャットの発生危険がある¹¹⁾。

以上のように、従来のDC鑄造法は**図1-6**に示すような鑄型冷却（1次冷却）と直接水冷（2次冷却）からなる2段階の冷却構造、および鑄型と溶湯の接触状態が鑄塊表面近傍の組織に乱れを生じさせ、かつ鑄塊表面の性状を劣化させている。このため、DC鑄造法の改良研究、技術開発の歴史は、主に鑄塊表面近傍の組織や鑄塊表面性状を改善することを目的に、鑄型と溶湯の接触を完全になくするかまたは最小化すること、つまり1次冷却の低減をポイントとしたものが多い。その代表的なプロセスがホットトップ鑄造法（Hot-Top Casting）や電磁鑄造法（Electromagnetic Casting EMC）である。これらのプロセスは1960年代に開発され、1970年代以降工業ベースで順調に稼働している。

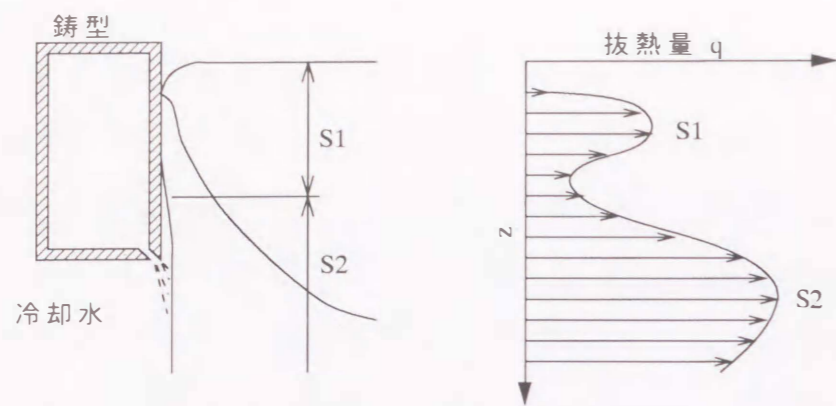


図 1-6 DC 鋳造法の冷却状態

S1 : 鋳型冷却
S2 : 直接水冷

ホットトップ鋳造法は図 1-7 に示すように、水冷鋳型上部に耐火物製のヘッダーが設置されている。鋳型長さが従来の DC 鋳造法より短く、溶湯と鋳型の接触を最小化することにより鋳塊表面品質の向上が可能となっている。溶湯はスパウトを経ることなく水平に供給されるため溶湯の乱れが少なく、ガスや介在物の混入が少ない

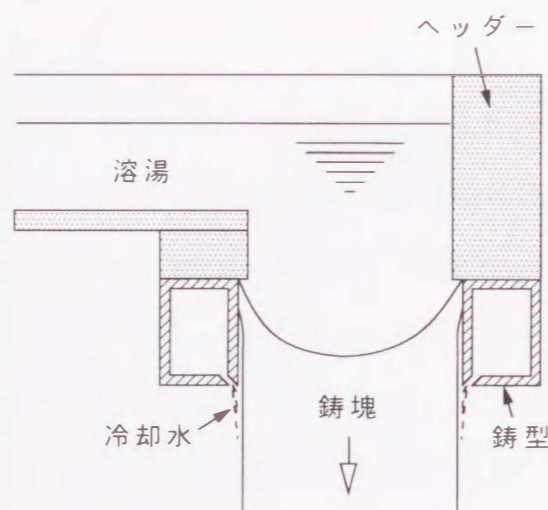


図 1-7 ホットトップ鋳造法の概略図

等の利点もある⁹⁾。また、溶湯レベル調整用のフロートがないため、同時に多連の鋳造を開始するビレットの鋳造には大幅な省力化になり、現在ではビレット鋳造の主流になってきている。開発初期のホットトップ鋳造にはヘッダーと鋳型の境界でリップもしくはラップスと称する周期的な逆偏析層が発生する問題があった¹²⁾。この欠陥を防止し、鋳塊表面を平滑化するためにヘッダーの張り出し量¹³⁾、湯面レベル、潤滑¹⁴⁾、¹⁵⁾、鋳型材質¹⁶⁾ やヘッダーと鋳型の境界構造¹⁷⁾ 等が検討されたが、決定的な問題解決にはならなかった。この問題を解決する方法

として図 1-8 に示すようなヘッダーと鋳型の間から気体と潤滑油を導入して溶湯と鋳型との接触を断つ気体加圧法 (Showa process) が開発された¹⁸⁾。この方法は気体の圧力によって溶湯がヘッダーと鋳型の境界のみでなく、鋳型自身にも接触しないため非常に平滑な鋳塊表面が得られるものである。同様な技術として図 1-9 に示すように鋳型にポーラスグラファイトを用いて鋳型内に気体と潤滑油を圧入して Showa process と同様な効果をねらった Airslip 法¹⁹⁾ も開発されている。この他にも Air cushion 法²⁰⁾ や Air veil 法²¹⁾ 等、Air の名前を冠した鋳造法が相次いで開発されて

おり、鋳型内に気体を導入

するといった技術は世界的に広まり実用化されている。この気体加圧式ホットトップ鋳造技術はビレット鋳造に広く導入されたが、スラブ鋳造には形状が矩形であることやサイズが大きいことから制御が難しく、未だ実用領域には達していないようである²²⁾、²³⁾。

一方、鋳型を用いるといった従来の発想から離れたユニークな技術である電磁鋳造法が旧ソ連で発明され²⁴⁾、²⁵⁾、米国、欧州でスラブ鋳造として実用化されて

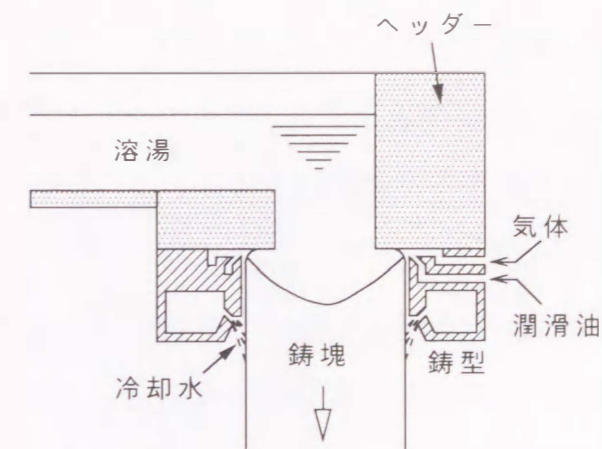


図 1-8 気体加圧式ホットトップ鋳造法の概略図

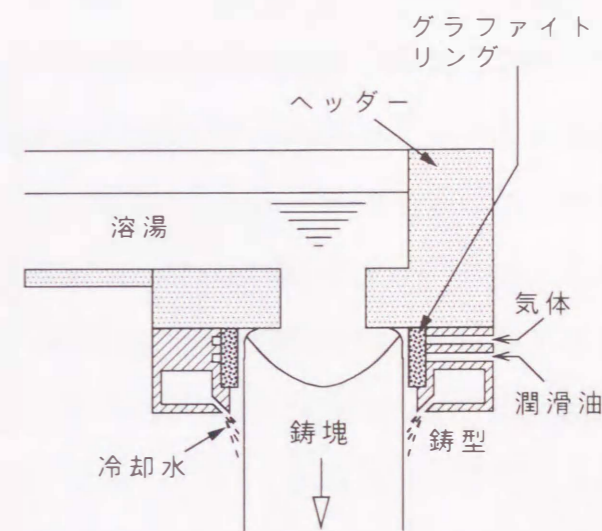


図 1-9 エアスリップ鋳造法の概略図

いる^{26), 27)}。その概略を図1-10に示す。原理は、従来のDC castingのような水冷鑄型を用いず、電磁力により溶湯を空中に保持するように制御してその下部を直接水冷し、凝固した鑄塊を下方に引き抜く方法である。溶湯の形状は電磁コイルと電磁遮蔽スクリーンを用いて制御されている²⁴⁾。電磁鑄造法では鑄型がなく溶湯が無接触状態で凝固するため、鑄塊表面が平滑であるばかりでなくチル層、粗

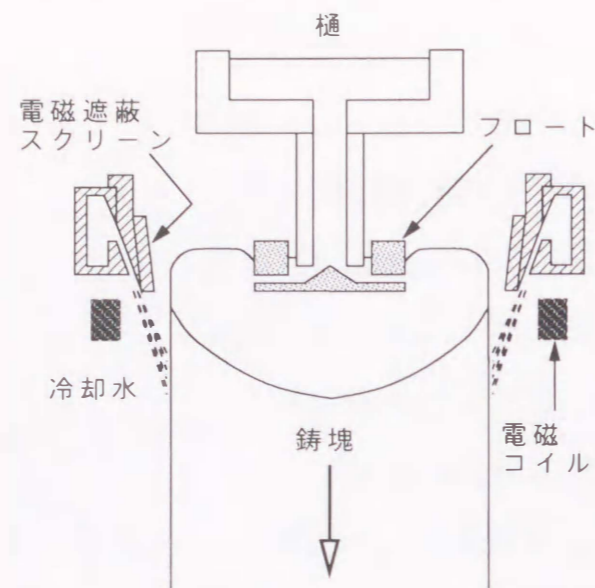


図 1-10 電磁鑄造法の概略図

大セル層などの表面近傍の異常組織が発生しないという特徴がある。その結果、無面削による圧延が可能になり、更に鑄塊側面も平滑なため熱間圧延時にエッジクラックが発生せずトリミングが不要か最小にすることができるという大きなメリットがあり^{27), 28)}、欧米でスラブ鑄造に積極的に展開されている。しかし、日本では品種が多様でかつ板表面への要求品質が厳しいこともあり、電磁鑄造法の適用は進んでいなかった。面削されたスラブに比べれば表面品質がまだ完全でないことが原因と思われる。しかし、欧米では電磁鑄造技術の更なる向上が進んでいるようであり²⁹⁾、日本でも最近電磁鑄造法の開発研究が進みつつあるものの^{30), 31)}、まだ実生産には至っていない。

鑄型半連続鑄造法は鑄型であるがゆえに、鑄造がバッチスタイルになる。鉄鋼では鑄型でも途中で鑄塊を湾曲させてフライングソーと連動した連続スタイルが主流になっているが、アルミニウムではこのようなスタイルは見られない。アルミニウムでは連続的に鑄造する方法として水平連続鑄造法が開発されてきた^{32), 33), 34), 35)}。その概略を図1-11に示す³⁶⁾。この方法は設備費が少なく³⁷⁾かつ自動化、省力化、連続生産が可能なことから魅力ある生産方式である。しかし、鑄塊と鑄型の接触状態が上下面で違うことから上下で組織が異なるなどの鑄塊品質面

で鑄型半連続鑄造法に及ばないといわれている。また、合金、サイズの切り替えが頻繁な場合にはその特徴が生かされないため一般的に普及していない。しかし、アルミサッシなどのように単一合金を大量に使用する分野では連続生産のメリットが大きく、最近では鑄型構造や冷却方法の改良により高速鑄造が可能

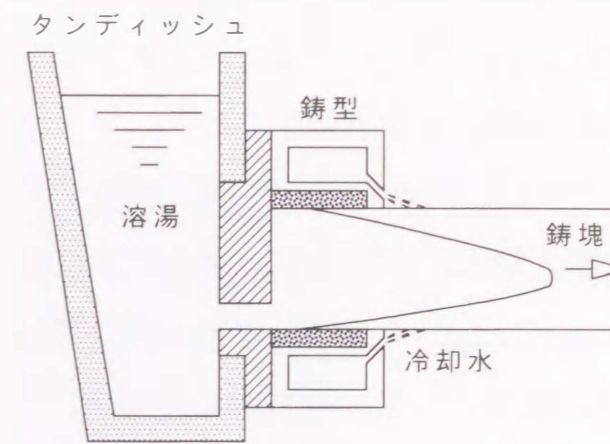


図 1-11 水平連続鑄造法の概略図

な方法が開発され稼働しているとの報告もある³⁸⁾。また、最近鍛造用の素材に細径鑄造棒が使用されているが、細径棒は連続化の経済的効果が大きいいため水平連続鑄造が用いられている³⁹⁾。圧延用スラブの水平連続鑄造化は過去に検討されたものの⁴⁰⁾、品質上の問題で現在は稼働しているとの報告は見あたらない。著者もスラブより更に薄い10mm厚の薄板用水平連続鑄造法を間欠引き抜き方式で研究、開発し、そのプロセスと凝固メカニズムを以前に報告したが^{41), 42)}、やはり組織的に不均一で品質的に問題があり工業化までには至っていない。しかし、水平連続鑄造は同一合金を大量に鑄造することには適しているため、現在は地金の鑄造に用いられている。

一方、圧延板の製造には従来のスラブから製造する以外の方法として溶湯から直接薄スラブもしくは厚板を連続

鑄造し、その後圧延するいわゆる連続鑄造圧延が最近数多く開発されている。その一例としてHazellet法^{43), 44)}を図1-12に、3C法を図1-13に示す。前者は2つの可動スチールベルト間で連続的に鑄造を行う方式であり、薄スラ

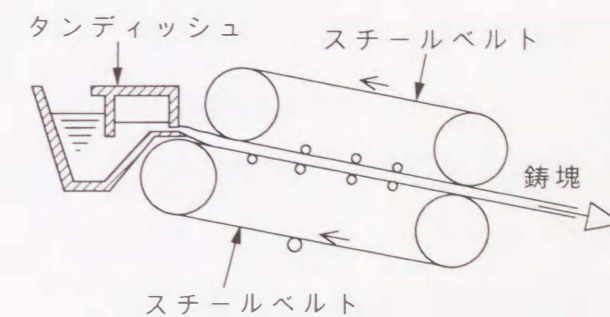


図 1-12 Hazellet法の概略図

ブの連続鋳造に使用されている。このような可動ベルトまたはチルブロック式の連続鋳造法としては他に Alusuisse Caster II⁴⁵⁾ が著名であるが、この鋳造方式は生産性が良いことから缶材の製造への適用が精力的に進められている。後者の厚板連続鋳造は一对の水冷ロール間に溶湯を供給して連続的に4~10mmの板に直接鋳造され

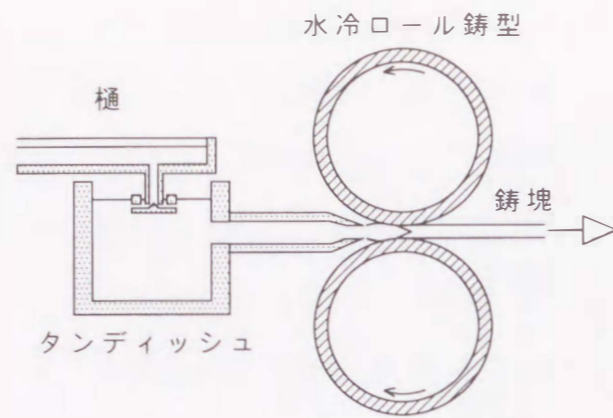


図 1-13 3C法の概略図

る方法が多い。この方式では Hunter 法, 3C 法, Lauener Caster I, Davey McKee sheet caster, Mini-mill 法等が著名であり、それぞれ原理は同じである^{46), 47)}。この双ロール方式は約10%程度の圧下を受けるとされるため、ロールと鋳塊の熱伝導が向上して冷却速度が非常に速く、鋳造組織はDC鋳造と比べると著しく微細である⁴⁸⁾。この方式は通常工程の熱間圧延が不要なため、設備費が非常に安く世界的に採用されているが、品質的な問題で高品質な板材を要求する缶材への適用には至っていなかった。しかし、最近の精力的な研究、開発により品質的な問題解決も進み、缶材はもとより自動車外板材への実用化が急速に進んでいるようである。

一方、線材においても連続鋳造法が開発され、我が国ではプロペルチ法⁴⁹⁾が既に稼働している。図1-14にプロペルチ法の概略を示す。外周に溝を備えた銅製の鋳造ホイールとスチールベルトからなる鋳造機と、三方ロールによりなる連続熱間圧延機から構成されている。主として、電気用アルミニ

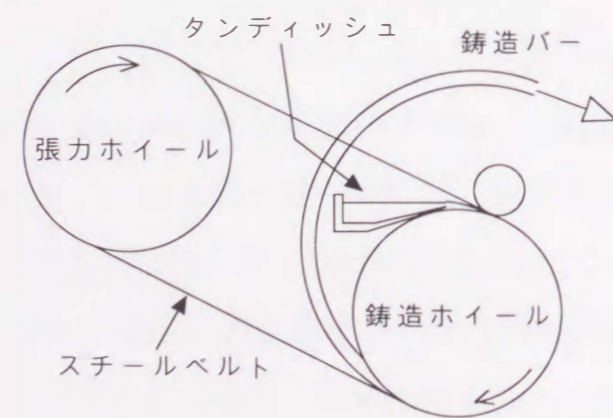


図 1-14 プロペルチ法の概略図

ウム荒引線の製造に用いられているが、最近は鍛造用合金の10~30mm程度の細径棒の製造にも用いられているようである⁵⁰⁾。

その他、特殊な連続鋳造法としてはOCCプロセスが上げられる。図1-15に示すように、従来の連続鋳造法とは全く逆の発想の方法で、鋳型を加熱することにより鋳型内での核生成を押さえ鋳造方向に長く成長した柱状晶もしくは単結晶が得られる鋳造法である⁵¹⁾。鋳塊表面は非常に平滑で、粒界がないか、もしくは鋳造方向に平行であるため延展性に優れることから、IC用のボンディングワイヤーや音響用高級ケーブル等の高品質、高付加価値製品に用いられている。ただし、プロセスの構造上得られる鋳塊が直径10mm程度の小型なため、一般的な工業部品への展開は進んでいないようである。

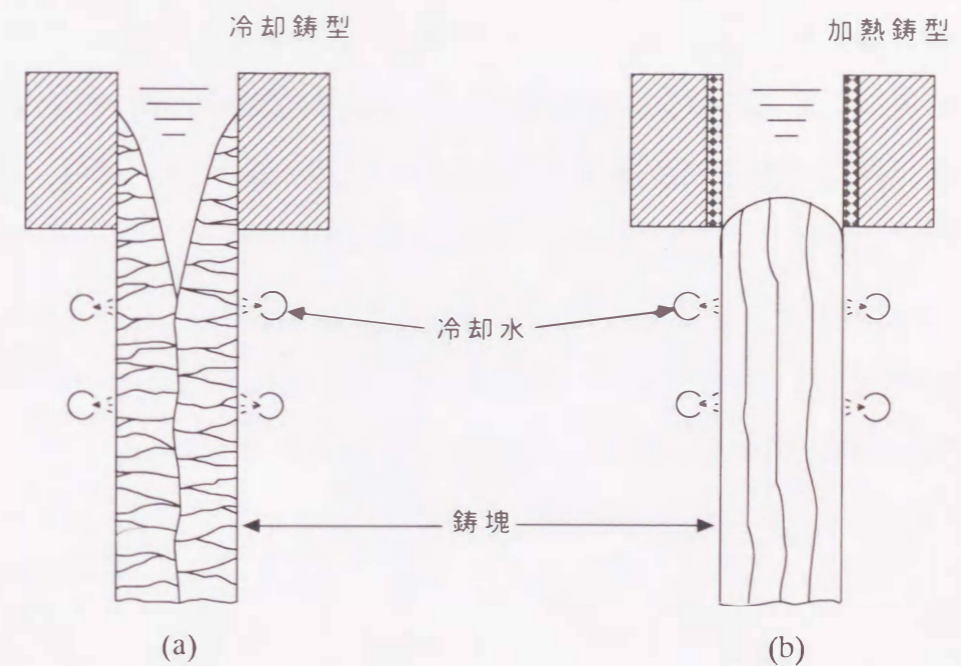


図 1-15 OCCプロセスの概要図

(a) 冷却鋳型を用いた場合
(b) 加熱鋳型を用いた場合

1. 3 本研究の目的

近年、アルミニウムは軽量、高比強度、高耐食性、高リサイクル性といった特徴から各種分野での利用が飛躍的に増大しており、それに比例して更なる高品質化、低コスト化が追求され、特に加工素材である連続鋳造鋳塊への要求品質が一段と厳しくなっている。前節で述べたごとく、鋳造プロセスの研究、開発によって鋳塊品質の改良も進んではいるものの、現在主流のDC鋳造法では組織、成分の均質性や加工性の面で、高度化する品質要求に十分に対応することが難しくなっている。そこで、本研究では押出、鍛造をターゲットに、品質向上、コスト低減に寄与する連続鋳造鋳塊およびその製造技術を研究、開発することを第一の目的とした。また、開発した鋳造システムで得られる鋳塊の品質を詳細に確認し、従来法による鋳塊との比較によって品質的な優位性を明らかにすることを第二の目的とした。

新しい鋳造プロセスの研究、開発のコンセプトは、**図1-16**に示すように従来のDC鋳造法の欠点である鋳型冷却（1次冷却）と水冷却（2次冷却）の二重構造

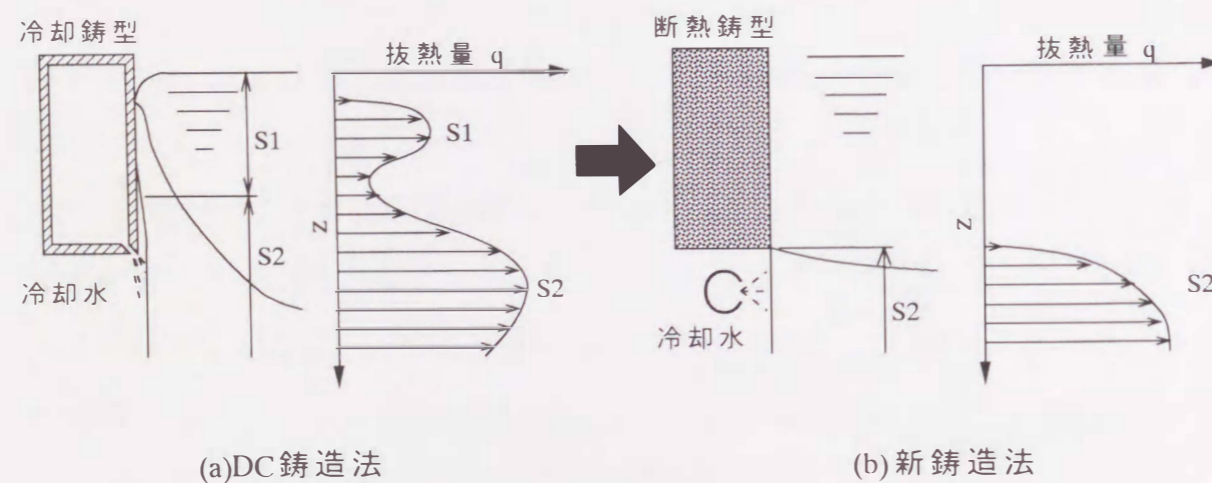


図 1-16 DC鋳造法と新鋳造法の冷却状態の比較

S1 : 鋳型冷却
S2 : 直接水冷

の解消を基本とし、より単純でコントロールも容易な鋳造システムである。具体的には、鋳型を断熱構造として鋳型冷却（1次冷却）を無くし、鋳型下部から噴出する冷却水によってのみ冷却する構造的にもシンプルな鋳造システムである。

本研究の進め方は大きく分けて4段階とした。

第1段階……鋳造システムに関する基礎的研究

数kg程度の小型実験装置を試作して、鋳型の構造や材質および冷却方法などの装置面を研究し、鋳造温度、鋳造速度や冷却水量等の各種鋳造因子の相互関係の解明などを行い、最適な鋳造システムの基礎技術を構築する。

第2段階……凝固メカニズムに関する研究

実験による鋳造因子の相互関係、凝固界面形状、凝固界面位置などの観察から本鋳造システムにおける凝固メカニズムを解析する。

第3段階……鋳塊の特性に関する研究

本鋳造システムで得られる鋳塊の特性、特に加工性に関して引張試験を行い、鋳塊の特徴および品質上の優位性を明らかにする。また、組織因子と加工性の関係も解明する。

第4段階……量産化技術に関する研究

小型実験装置による本鋳造システムの実証が得られた後、数百kgレベルの中規模実証鋳造設備へ展開し、量産化技術の構築を図る。

1. 4 本論文の構成

本論文は以下の7章によって構成されている。

第1章 序論

第2章 断熱鋳型方式による鋳型半連続鋳造法の特徴

第3章 断熱鋳型方式による鋳型半連続鋳造法の凝固状態

第4章 6061 アルミニウム合金連続鋳造鋳塊の

DAS と結晶粒径に及ぼす鋳造速度と微細化剤の影響

第5章 6061 アルミニウム合金連続鋳造鋳塊の

引張特性に及ぼす結晶粒径と DAS の影響

第6章 6061 アルミニウム合金連続鋳造鋳塊の

引張特性に及ぼす均質化処理と DAS の影響

第7章 総括および将来への展望

先ず、第1章「序論」では、アルミニウム産業における連続鋳造技術の位置づけとその重要性について述べた後に、連続鋳造法の歴史的発展と従来の研究、開発について述べている。次に、本研究の目的と意義を明らかにし、その研究の進め方について述べている。

第2章では、本研究のコンセプトに沿った断熱構造の鋳型を用いた新しい堅型半連続鋳造法の小型実験装置を試作して、一般的な展伸用合金である6063アルミニウム合金を用いて鋳造実験を行い、本鋳造法における鋳造条件、鋳塊品質および凝固形態などの基本的諸特性について述べている^{52), 53)}。

第3章では、99.9%アルミニウムを用いて鋳造条件と鋳塊表面状態、鋳塊直径および凝固界面位置の関係について実験的に詳細に調べ、凝固状態を解析して本鋳造法における凝固モデルを提唱している^{54), 55)}。

第4章では、本鋳造法における鋳塊の組織、特に加工性や製品品質に影響を及ぼすと考えられる組織学的因子として結晶粒径と DAS に注目し、これら因子に及ぼす鋳造速度と結晶粒微細化剤の影響を一般的な展伸用合金である6061アルミニウム合金を用いて調べた結果を述べている。その結果、本鋳造法では鋳造速度と微細化剤添加量を調整することにより鋳塊組織の制御が可能であることを示している^{55), 56)}。

第5章では、前章で得られた組織制御方法を用いて結晶粒径と DAS を単独に制御した6061アルミニウム合金鋳塊を作製し、引張試験を行って引張特性に及ぼす結晶粒径と DAS の影響について述べ、DAS が加工性に大きな影響を及ぼす

ことを示している^{56), 57), 59)}。

第6章では、均質化処理によって変化する組織が引張特性にどのような影響を及ぼすのか、引張試験で得られた結果を示し、DAS の物理的意味も含めて考察した結果を述べ、本鋳造法で得られる鋳塊の加工用素材としての特性および優位性を示している^{57), 58), 59)}。

第7章では、総括として第2章から第6章までの各章の結論をまとめ、現在進行中の中規模実験装置での実用化研究の概要を紹介して、本鋳造法の将来への展望に関して述べている。

第2章 断熱鑄型方式による豎型半連続鑄造法の特性

2.1 緒言

アルミニウムの豎型半連続鑄造法は1930年代に工業化された後、数々の改良技術の開発により進歩してきた。この改良の大きな目的の一つに冷却構造に起因する鑄塊品質問題の改善がある。つまり鑄塊表面およびその近傍に発生する発汗、チル層、粗大セル層、微細セル層、逆偏析など半連続鑄造法の鑄型冷却と直接水冷の二重冷却構造に起因する欠陥の解消である⁶⁰⁾。近年、これらの問題を解決するため鑄型と溶湯の接触を最小化するか完全になくすこと、つまり鑄型冷却の低減をポイントとした優れた改良技術が開発されている。その中でも気体加圧式ホットトップ鑄造法^{18), 19), 20), 21), 22), 23)}や電磁鑄造法^{26), 27), 31)}が従来のDC鑄造法に比べて鑄塊表面が滑らかで組織的にも均質な高品質鑄塊が得られる製造法として高く評価されている。一方、従来とは全く逆の発想で、鑄型を融点直上に加熱し鑄型壁での凝固を抑制したOCCプロセス⁵¹⁾が、一方向性組織で偏析もなく鑄塊表面が非常に平滑な高品質鑄塊が得られる特異な鑄造法として注目されている。しかしながら、これらの鑄造法は鑄型構造や付帯設備が複雑で、大きな設備コストや高度な制御技術が求められるという問題を持っている。

本研究では、従来のDC鑄造法より高品質の鑄塊が得られ、既存の気体加圧式ホットトップ鑄造法や電磁鑄造法およびOCCプロセス等より設備的、構造的に単純、低コストで平易な制御技術の新しい鑄造システムの開発研究を行った。この鑄造システムの基本コンセプトとしては、DC鑄造法の問題点である鑄型冷却と直接水冷の二重冷却構造を解消するため、鑄型を断熱構造として鑄型冷却を低減もしくはなくすることである。本章では、この基本コンセプトに基づいて小型実験装置を試作して実験を行い、得られた本鑄造システムの基本特性や鑄造因子の相互関係およびその鑄塊の品質などについて述べる。

2.2 実験方法

2.2.1 鑄造実験装置

図2-1に実験装置の全体概略図を示す。実験装置は鑄造機本体(図中A~J)、冷却水供給装置(K, L)、コントロール装置(M)および電気溶解炉から構成されている。鑄造機本体には昇降装置(I)、冷却水ピット(G)および鑄造部(A~E)があり、最大長さ1000mmまで鑄造可能である。ボトムブロック(F)を備えた昇降装置は、ACサーボモータ(J)の回転をボールネジを介して上下方向に作動する。また、冷却水ピットの水位は2カ所の排水バルブ(H)により任意に設定できる。この冷却水ピット上に容量4000cm³の溶湯保持タンディッシュ(D)と容量2000cm³の鑄造タンディッシュ(C)、鑄型(A)および冷却水ジャケット(B)を備えた鑄造部が設置してある。溶湯保持タンディッシュと鑄造タンディッシュはダム(E)で仕切られている。冷却水は給水タンク(K)に一旦貯水した後、ポンプ(L)で冷却水ジャケットに供給する。鑄造速度や冷却水量

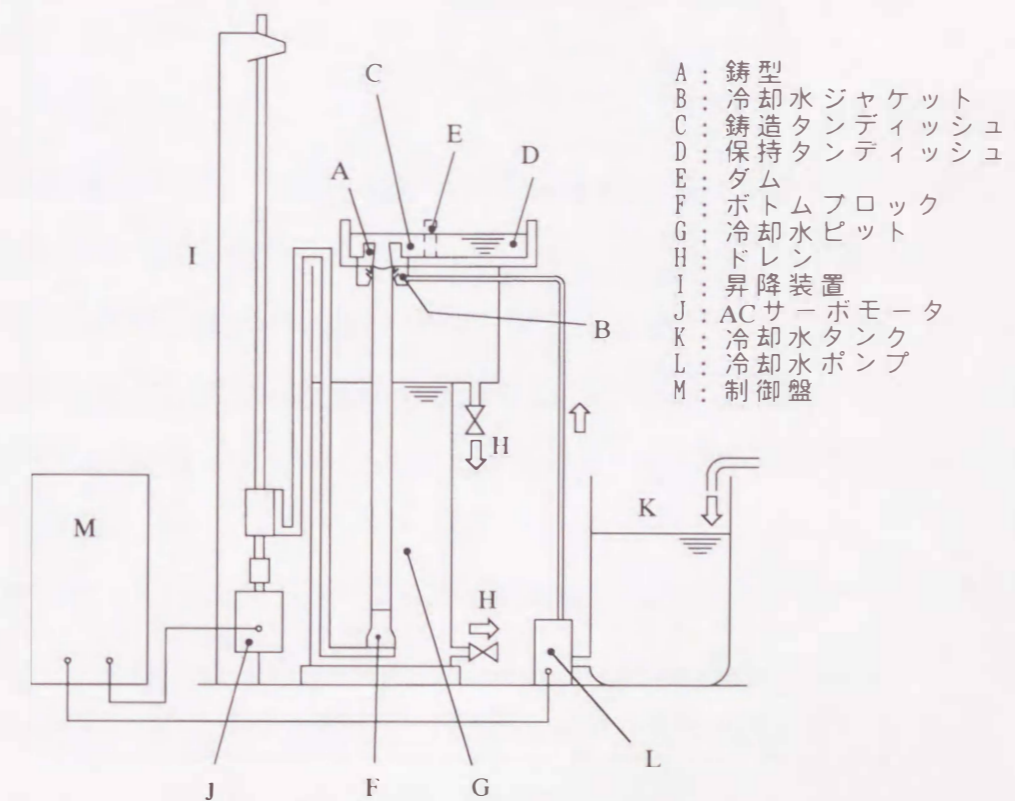


図 2-1 鑄造実験装置全体概略図

はプログラムコントロールでき、任意のパターンで鑄造実験が行えるようになっている。

図 2-2 に鑄造部の概略図を示す。鑄型は断熱性の高い耐火物製で冷却は全く行わない断熱構造としている。鑄型の内部形状は高さ 42mm, 上部開口直径 47mm, 下部開口直径 51mm のテーパ状円筒形になっており、直径約 50mm の鑄塊が鑄造できるようにしている。

また、内面には黒鉛系固体潤滑剤を塗布して、鑄型と鑄塊の摩擦抵抗を低減するようにしている。冷却水は鑄型直下に設置してある冷却水ジャケットのスリットから膜状に噴出して鑄塊に衝突し冷却する構造となっている。

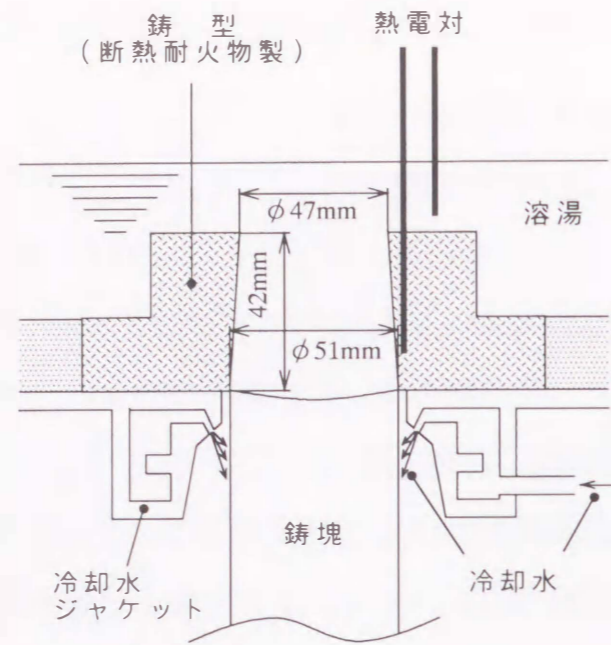


図 2-2 鑄造部概略図

2.2.2 鑄造実験方法

鑄造実験には展伸用アルミニウム合金の中でもアルミサッシで多用され、最も消費されている表 2-1 に示す成分の 6063 アルミニウム合金を用いた。鑄造手順を図 2-3 に示す。まず、予め電気溶解炉で溶解した 8kg の溶湯を予熱した溶湯保持タンディッシュに供給し、微細化剤 Al-5%Ti-1%B を 16g 添加してから温度調整を行った。次に、溶湯が目標温度に達した後、ダムを開放して鑄造タンディッシュ

表 2-1 試料の化学成分
6063 アルミニウム合金 (mass%)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
0.44	0.18	0.00	0.00	0.49	0.00	0.00	0.00	Bal.

に溶湯を供給した。この時点では鑄型上部にストッパーが挿してあるため鑄型内には溶湯が流入しないようになっている。ダム開放後 30s 後に冷却水を出し、さらに 30s 後にストッパーを開放して鑄型内に溶湯を流し込んだ。そして、10s 間保持して凝固殻を形成させた後ボトムブロックを降下した。ボトムブロック内部にはアルミボルトが組み込んであり、ボルトの頭部に鑄塊が鑄包んで確実に鑄塊が引き出されるようになっている。鑄造温度は鑄型直上約

5mm に熱電対を設置して溶湯温度を測定し、LPG トーチバーナにて各タンディッシュ内の溶湯を加熱してコントロールした。また、鑄型内に上部から 30mm, 内面から 1mm 内部の位置に熱電対を挿入して鑄型温度を監視した。鑄造条件は、鑄造温度を 700℃, 冷却水温 18℃ および冷却水ピットの水面位置を鑄型下端より 300mm 一定として、鑄造速度を 90 ~ 250mm/min, 冷却水量を 6 ~ 25l/

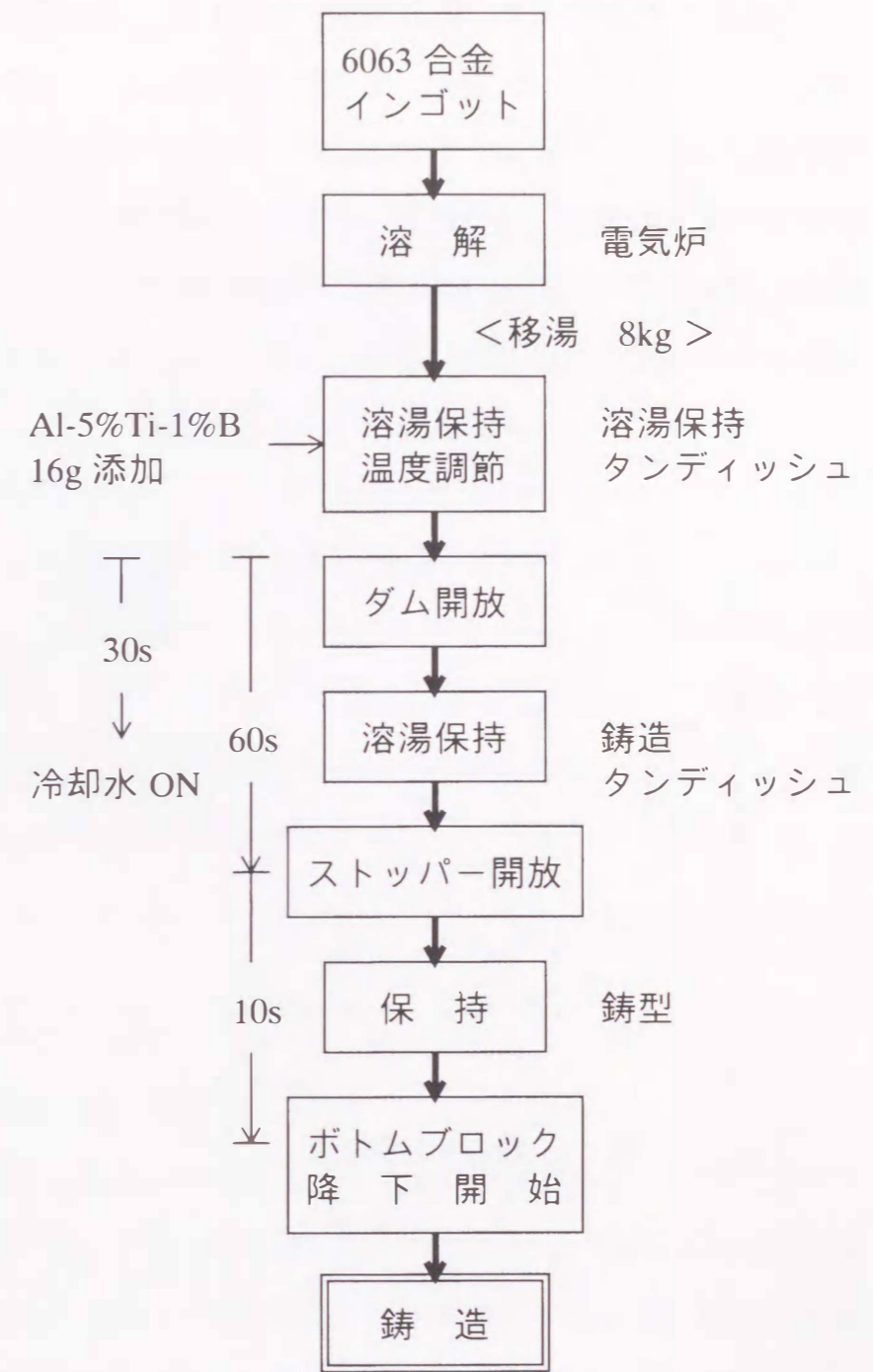


図 2-3 鑄造手順

minの範囲で変化させた。鑄造温度、鑄造速度、冷却水量、鑄造長さおよび鑄型温度はペンレコーダに記録し、その変化を測定した。図2-4に鑄造温度700℃、鑄造速度200mm/min、冷却水量15l/minでの測定記録の一例を示す。Aでダム開放、Bでストッパー開放、Cでボトムブロック降下開始である。故に、A-B間が鑄造タンディッシュ内における溶湯の保持時間(60s)で、B-C間が鑄型内における溶湯の保持時間(10s)になる。

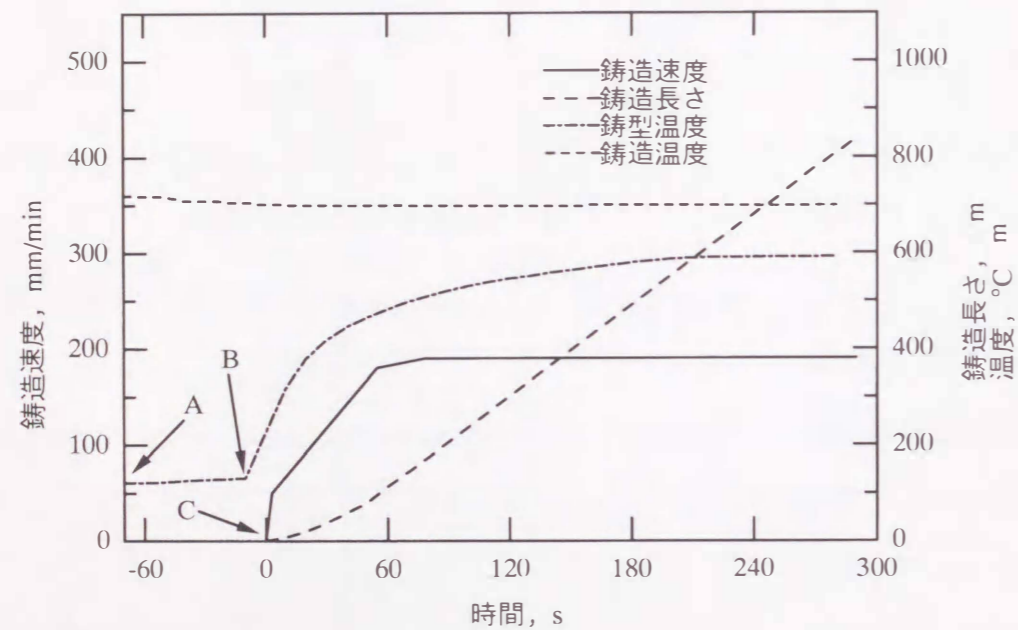


図 2-4 鑄造測定記録例

A:ダム開放
B:ストッパー開放
C:ボトムブロック降下開始
A-B:鑄造タンディッシュでの保持時間
B-C:鑄型内での保持時間

2.2.3 観察および測定項目とその方法

以上のような鑄造実験を行って以下の項目について測定および観察を行った。

1) 鑄塊の外観観察と直径測定

各鑄造速度、冷却水量における鑄塊の表面状態を詳細に観察し、鑄塊径をノギスで測定して鑄造速度との関係を確認した。

2) 組織観察

鑄塊のマクロ組織は王水で、ミクロ組織は0.5%フッ酸および電解エッチ

ングにて現出させ観察した。

3) 鑄塊の均質性確認

鑄塊の均質性の確認として鑄塊半径方向の2次デンドライトアームスペーシング(以降DASと称す)の分布を測定した。また、主要成分で偏析しやすいマグネシウムのマクロ的な濃度分布を発光分光分析で測定し、鑄塊表皮近傍におけるミクロ的な濃度分布をEPMAで幅100 μ mの矩形ビームを用いて鑄塊表面から半径方向に線分析を行って求めた。

4) DASと冷却速度の測定

特に加工性に大きく影響するといわれている重要な組織因子のDASを2次枝法⁶¹⁾にて測定した。併せて、冷却速度を得るために鑄塊中心部に鑄造速度と同期した速度で熱電対を挿入して冷却曲線を記録した。冷却速度は大部分の α 相の凝固が終了した直後に現れる冷却曲線の傾きが直線になった部分から求め⁶²⁾、DASとの関係を調べた。

2.3 実験結果

2.3.1 鑄造速度と鑄塊表面状態、鑄塊径の関係

鑄造速度90、190、250mm/min、冷却水量15l/minでの鑄塊表面状態を図2-5に示す。90mm/minでは擦り傷や割れ(図中矢印)が観察され、190mm/minは平滑、250mm/minでは凹凸が激しい荒れた表面状態となっており、本鑄造法では鑄造速度の変化によって鑄塊表面状態が大きく変化することが観察された。この鑄塊表面の状態は図2-5に示すような擦り傷や割れのある状態、平滑な状態、凹凸が激しい荒れた状態の3つに分類でき、その発生状況を鑄造速度と冷却水量を変化させて調べた結果、図2-6に示す鑄塊表面状態マップが得られた。図に示すごとく、3種類の鑄塊表面状態の間には明確な境界が認められた。すなわち、低速側に擦り傷や割れのある状態、高速側に凹凸が激しい荒れた状態が現れて、両者の間に平滑な状態の領域がある。擦り傷や割れのある状態と平滑な状態との境界はほぼ鑄造速度150mm/minの位置にあり、平滑な状態と凹凸が激しい荒れた状態との境

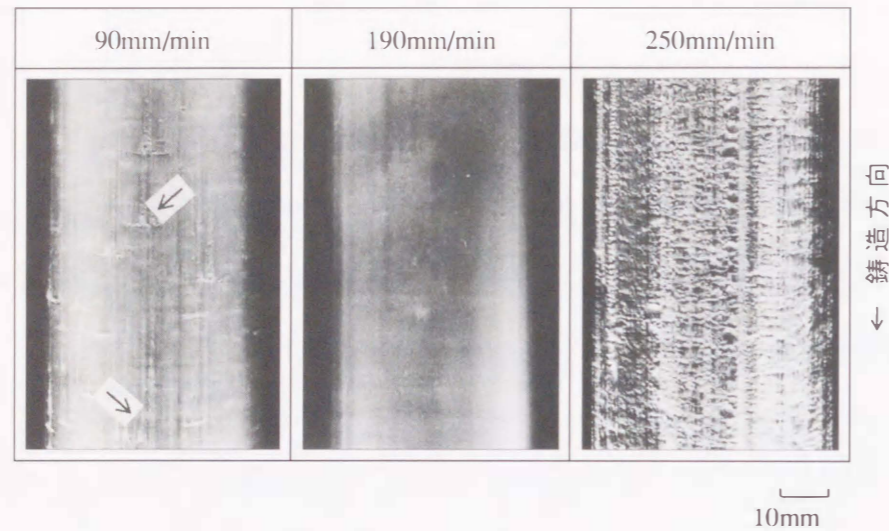


図 2-5 鑄造速度による鑄塊表面の変化

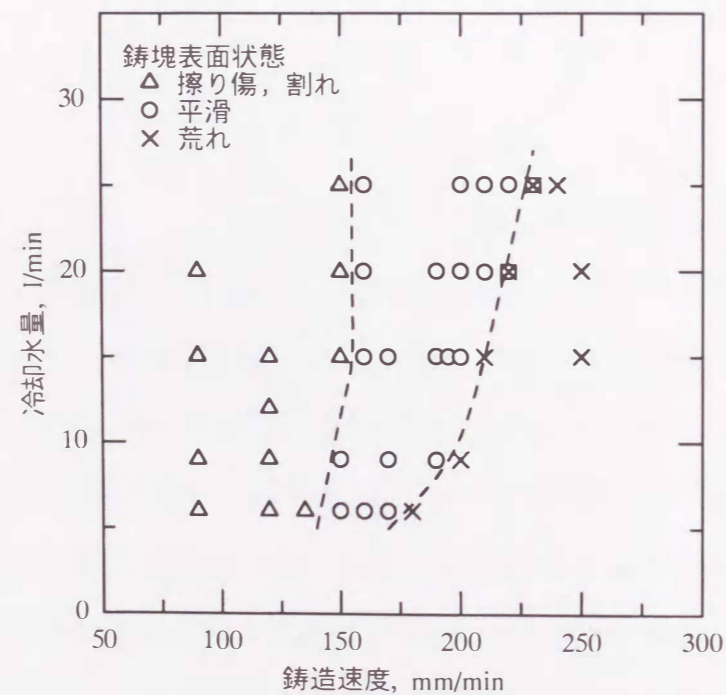


図 2-6 鑄塊表面状態マップ

界は冷却水量が多いほど高速側に移動して平滑な状態の領域が広がっている。

このような鑄塊表面の変化は鑄造条件によって凝固界面と鑄型との接触、摩擦状態が変化するために生ずると考えられる。そこで、その接触位置や状態を推定する方法として鑄塊径の変化に着目した。つまり、本鑄造法の鑄型は鑄造初期の鑄塊の引き抜き安定化や摩擦低減を図るために下部に広がるテーパ形状になっている。従って凝固界面が移動すればテーパ形状に沿って鑄塊径が変化することから、鑄塊径の変化から凝固界面と鑄型の接触位置や状態の変化が推定できる。

その鑄塊径の変化を冷却水量6, 15, 25l/minの3条件で鑄造速度を変化させて求めた結果を図2-7に示す。この図は凝固界面が鑄型下部に移動すればテーパ形状に沿って鑄塊径が大きくなるという関係から縦軸を下方に行くほど鑄塊径が大きくなるように設定した。

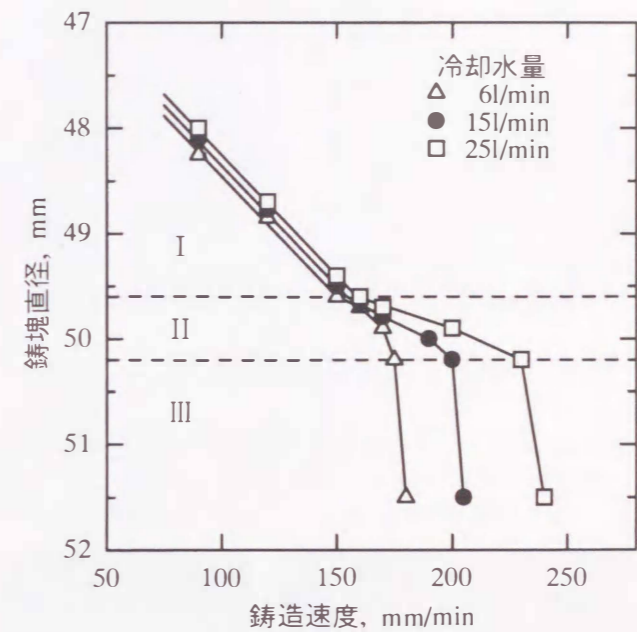


図 2-7 鑄造速度による鑄塊径の変化

この図より、鑄造速度の増加に伴う鑄塊径の変化が3つのパターンに分けられ、かつ各冷却水量条件下での各パターンの境界の鑄塊径が同一であることがわかる。ここで、鑄塊径の変化の3パターンの領域を鑄塊径が小さい方から領域I、領域II、領域IIIと仮称する。領域Iは鑄塊径が約49.6mm以下で、鑄造速度が増加するとほぼ直線的に鑄塊径が増加する領域である。領域IIは約49.6mmから約50.2mmの範囲で鑄造速度が増加すると鑄塊径の増加量が徐々に曲線的に変化する領域である。領域IIIは約50.2mm以上で鑄造速度が少しでも増加すると鑄塊径が51.5mmまで急激に大きくなる領域である。一方、冷却水量が増加すると領域Iでは同一鑄造速度の場合鑄塊径が小さくなる方向に若干平行移動するが、領域IIでは領域Iとの境界速度が

ほぼ150mm/min付近にあるものの、領域Ⅲとの境界速度が大きく高速側に移動している。この铸塊径の変化と図2-6の铸塊表面状態マップとを対比すると、領域Ⅰは擦り傷や割れのある表面状態、領域Ⅱは平滑な表面状態、領域Ⅲは荒れた表面状態と対応し、铸塊表面の変化と铸塊径の変化が一致した。

2.3.2 铸塊の組織と偏析状態

次に、铸造速度90, 190, 250mm/min、冷却水量15l/minの铸塊の組織と偏析状態について調べた結果を示す。

図2-8は铸塊横断面のマクロ組織である。図に示すごとく、微細化剤の添加により全ての条件において全体的に非常に微細な粒状晶組織を呈している。しかし、詳細に観察すると250mm/minでは表皮近傍の組織が铸塊表面の欠陥に応じて不均一になっていることがわかる。対して、铸塊表面が平滑な190mm/minでは表皮近傍まで微細で均一な組織を呈している。

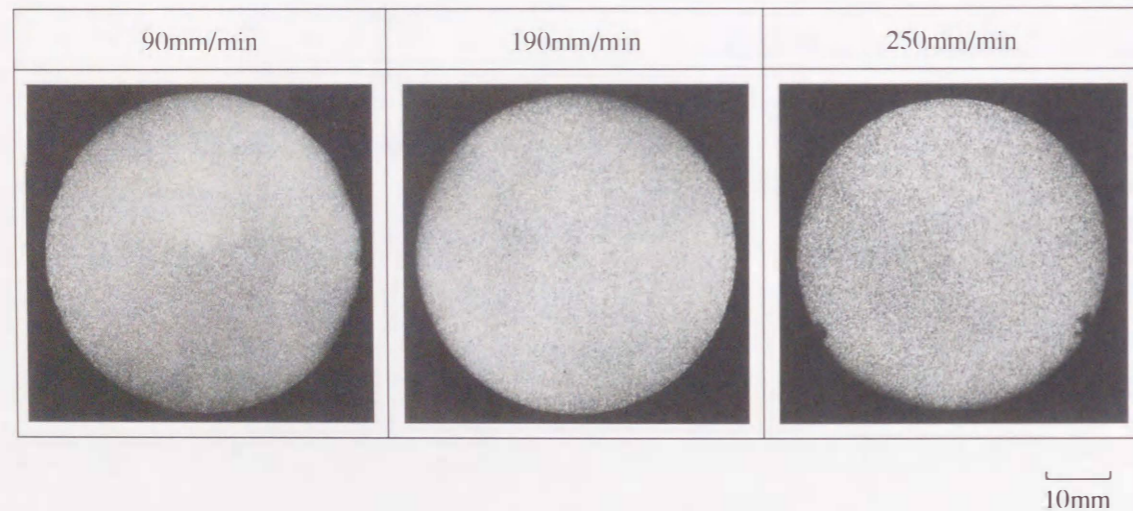


図 2-8 各铸造速度における横断面マクロ組織

図2-9は铸塊横断面における表皮近傍と中心部のミクロ組織である。铸造速度の増加とともに結晶粒およびDASが微細化している。また、90, 190mm/minでは表皮近傍と中心部の組織に大きな違いは認められないが、250mm/minでは表皮直下に中心部より結晶粒とDASが大きい領域が観察される。図2-10に半径方向のDASの分布を示す。図に示すごとく、ミクロ組織で観察された結果と同様に

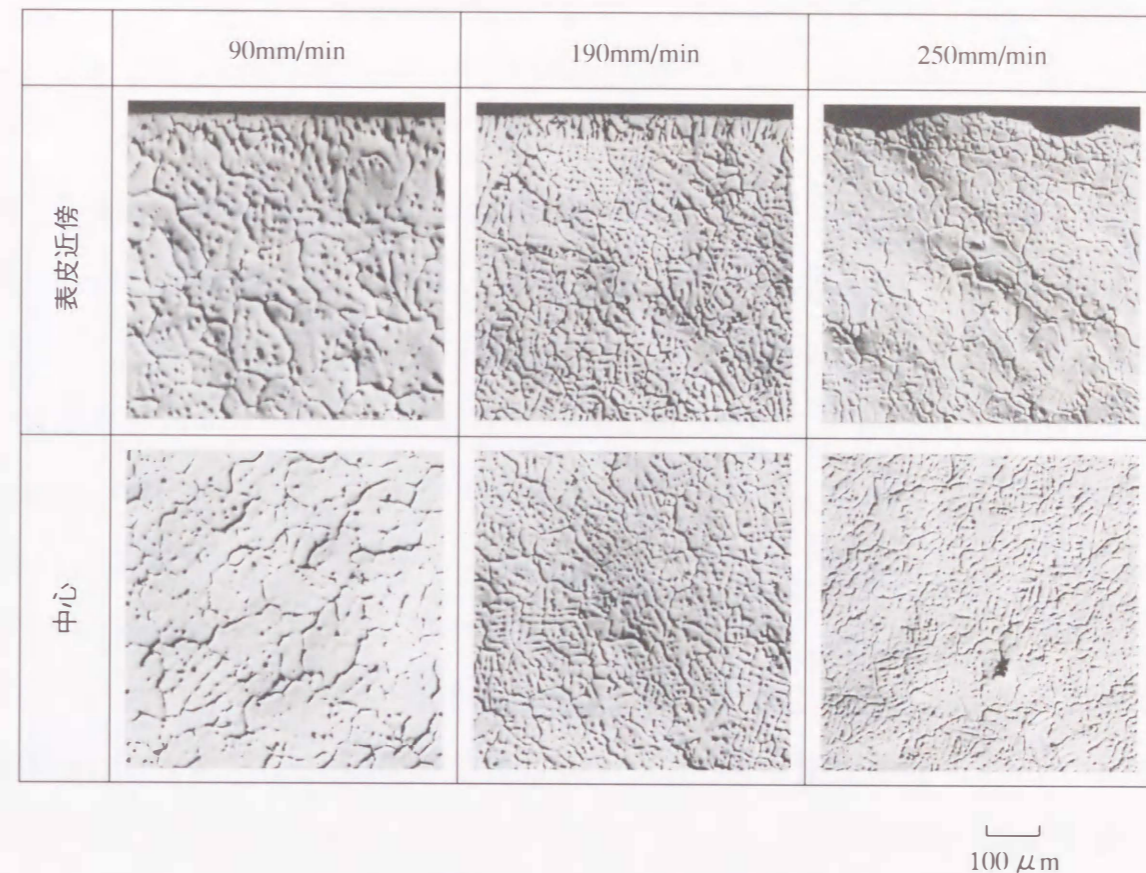


図 2-9 各铸造速度における横断面ミクロ

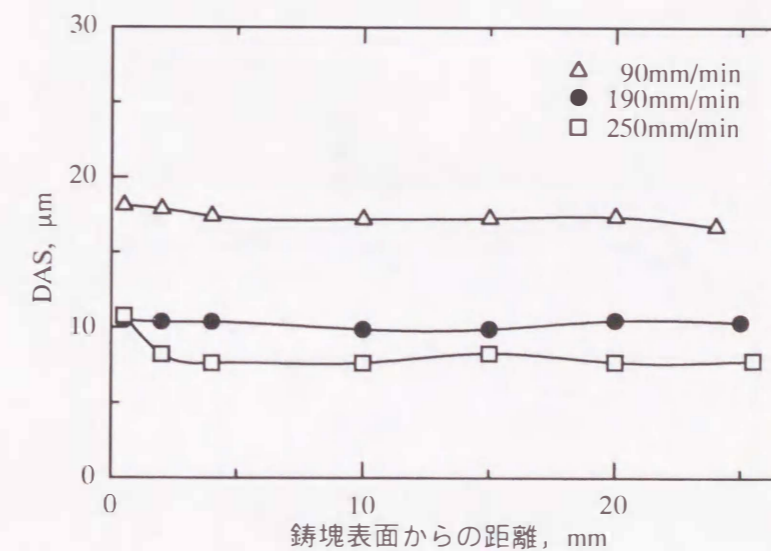


図 2-10 铸塊半径方向のDASの分布

90, 190mm/minでは半径方向に均一であるが、250mm/minでは表皮直下で大きくなっていることがわかる。また、鑄造速度が速くなるに従いDASが小さくなることもわかる。

次に、主要成分で偏析しやすいマグネシウムの半径方向のマクロ的な濃度分布を図2-11に示す。190, 250mm/minではほぼ径方向に均一であるが、90mm/minでは表皮近傍で低下している。さらに表皮近傍のミクロ的なマグネシウムの濃度分布をEPMAで線分析した結果を図2-12に示す。190mm/minでは表皮下数10 μ m程度の厚さでかつ低いレベルの逆偏析しか認められないのに対し、90, 250mm/minでは厚さが200~300 μ mでかつ高いレベルの逆偏析が認められた。なお、もう一方の主要成分であるケイ素についても同様な分析を行ったところ、マグネシウムほどの偏析はないものの同様な偏析傾向を示していた。

以上のように、鑄塊表面が平滑になる鑄造速度190mm/minでは90, 250mm/minより鑄塊内部の組織が微細、均一で、かつ偏析も少ない鑄塊が得られることがわかった。

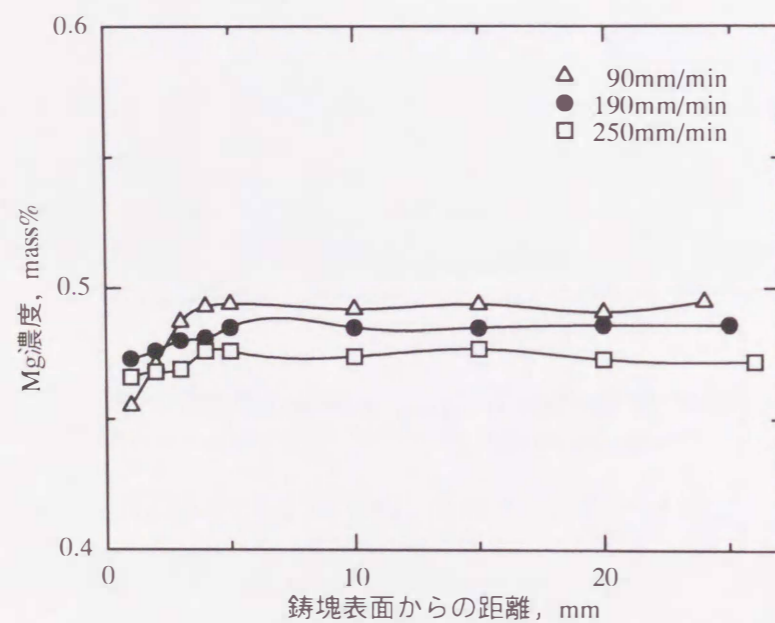


図 2-11 鑄塊半径方向のMg濃度分布

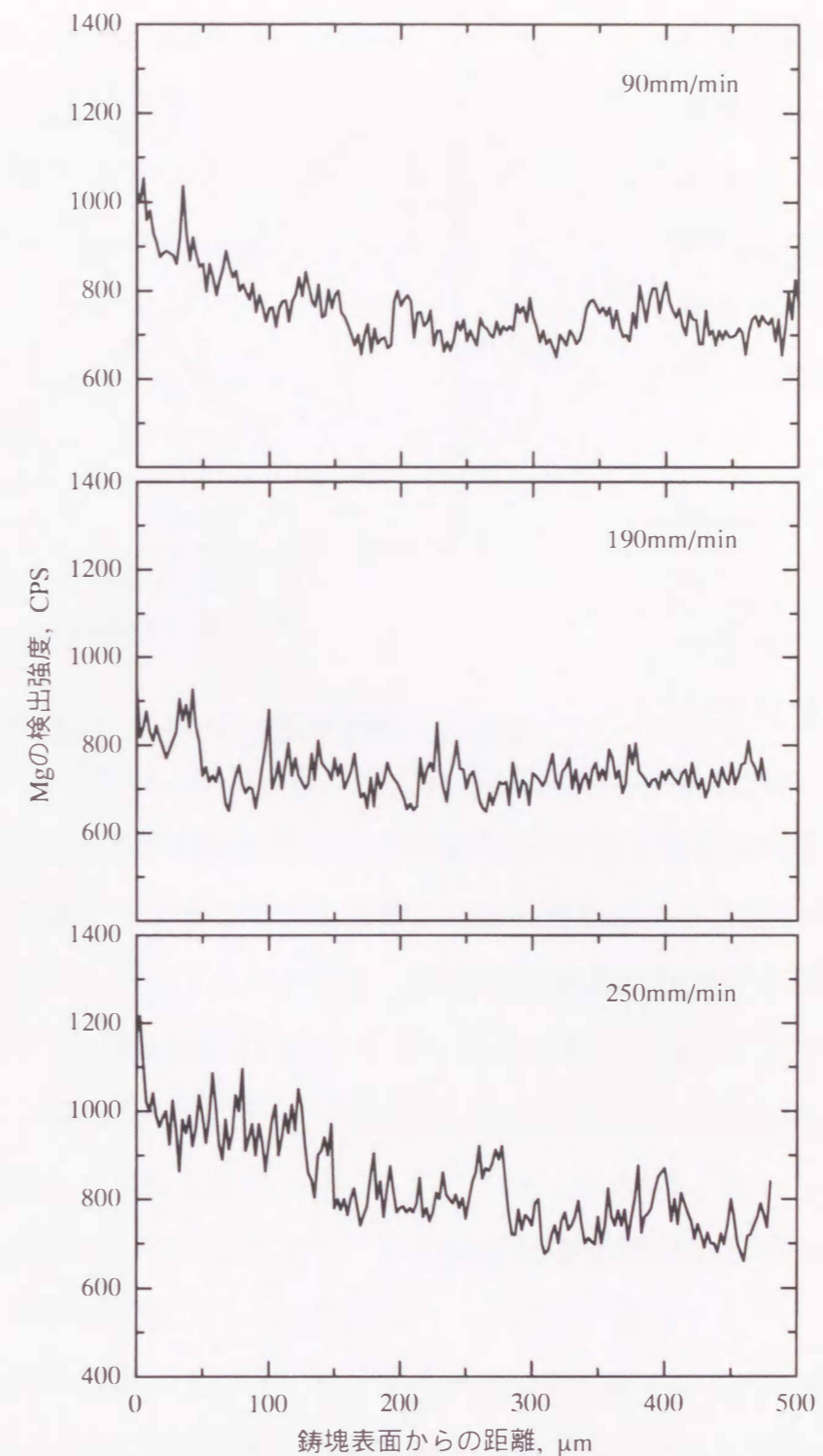


図 2-12 鑄塊表面近傍のマグネシウムの偏析状態

2.3.3 冷却速度とDASの関係

さて、図2-11に示したように、鑄造速度の増加とともにDASが微細化していることがわかったが、DASは鑄塊の加工性に大きく影響する重要な組織因子といわれている^{63), 64), 65)}ことから、各鑄造速度におけるDASと冷却速度を測定して本鑄造法における鑄造速度とDASおよび冷却速度の関係について調べた。その結果を図2-13に示す。この図より鑄造速度の増加とともにDASは微細化し、冷却速度は大きくなることわかる。一般的にDASは冷却速度と次のような関係にあるとされている^{66), 67)}。

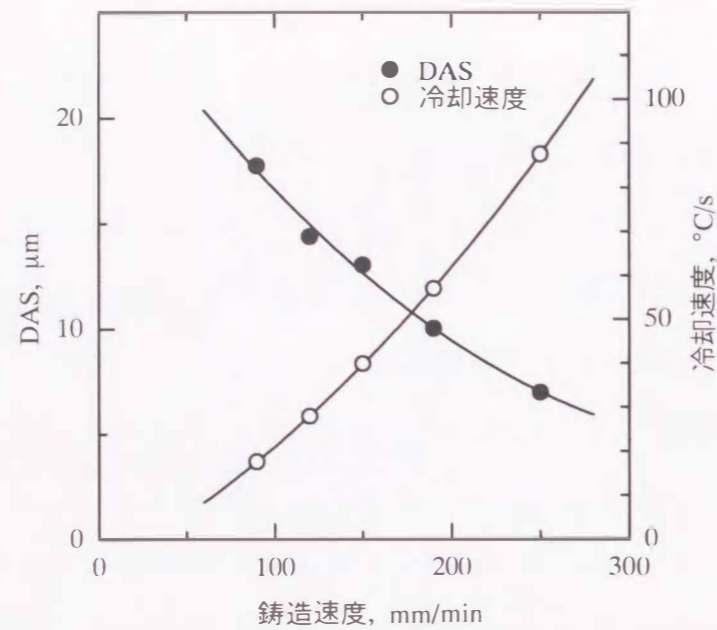


図2-13 鑄造速度とDASおよび冷却速度の関係

ここで、図2-13に示した冷却速度とDASの関係を両対数グラフに整理し直すと図2-14が得られた。この測定データから(1)式に基づき関係式を求めると、

$$d = A C^{-1/3} \quad \text{--- (1)}$$

d : DAS (μm)

C : 冷却速度 (°C/s)

A : 定数

ここで、図2-13に示した冷却速度とDASの関係を両対数グラフに整理し直すと図2-14が得られた。この測定データから(1)式に基づき関係式を求めると、

$$d = 96.6 C^{-0.57} \quad \text{--- (2)}$$

となったが、定数Aの値96.6はこれまで報告されているアルミニウム合金の範囲14~85⁶²⁾より大きく、さらに実線の傾きは通常値-1/3と大きく異なった-0.57という結果が得られた。

2.4 考察

2.4.1 鑄造条件と鑄塊表面状態、鑄塊径の関係から見た凝固形態の推定

本鑄造法では図2-5に示したごとく、鑄造速度が変化すると鑄塊表面が大きく変化し、その状態が擦り傷や割れのある状態、平滑な状態および凹凸が激しい荒れた状態の3つに分類できることがわかった。また、この状態は図2-6に示したように鑄造条件によって3つの領域に明瞭に分けることができることもわかった。一方、鑄塊の径も図2-7に示すごとく鑄造速度によって3つのパターンで変化し、これら鑄塊表面の変化と対応することが判明した。つまり、図2-7に示した3つの領域でまとめると、

領域Ⅰ：鑄造速度の増加とともに鑄塊径が直線的に増加し、擦り傷や割れのある鑄塊表面が得られる領域。

領域Ⅱ：鑄造速度が増加すると鑄塊径の増加量が徐々に変化し、平滑な鑄塊表面が得られる領域。

領域Ⅲ：鑄造速度が少しでも増加すると鑄塊径が急激に大きくなり、凹凸が激しい荒れた鑄塊表面が得られる領域。

に分けられることがわかった。このような鑄造速度による鑄塊の表面状態と径の変化は凝固界面と鑄型との接触、摩擦状態および位置が変化するためと考えら

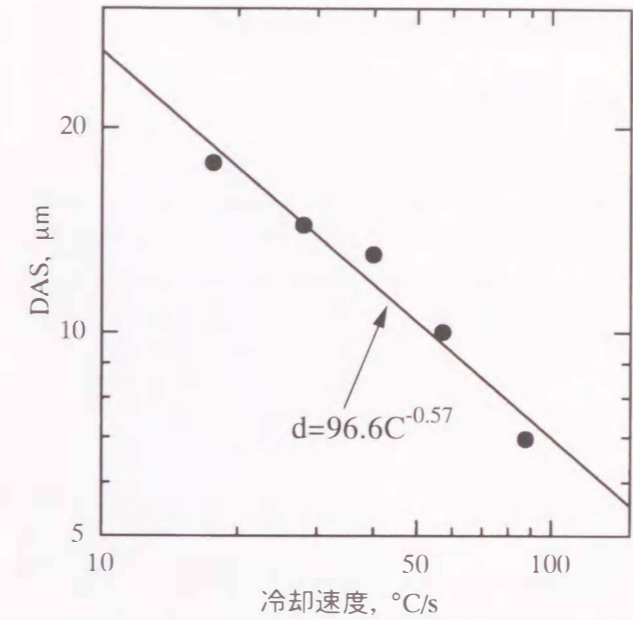


図2-14 冷却速度とDASの関係

れ、本鑄造法における鑄塊の凝固形態として上記3つの領域に対応して図2-15に示すようなモデルが推定できる。つまり、各領域の推定される凝固形態として、次のようにまとめることができる。

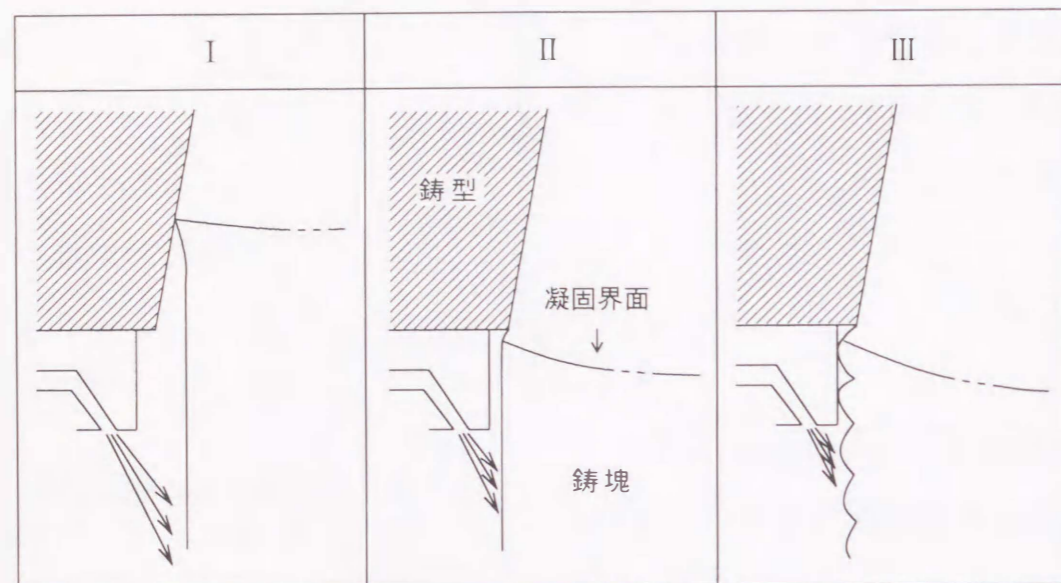


図 2-15 各領域における凝固形態の推定モデル

領域Ⅰ：凝固界面が鑄型内にあり、鑄型との接触によって表面に擦り傷や割れが形成される。そして、速度が増加するとほぼ一定の割合で凝固界面が鑄型内を降下するため直線的に鑄塊径が増加する。また、冷却水量が増加すると鑄塊下部からの冷却が強くなり凝固界面が上昇して鑄塊径が小さくなる。

領域Ⅱ：凝固界面が鑄型下端よりはみ出し、凝固界面直上の溶湯が表面張力によって形状を保ちつつ鑄型と無接触状態で凝固するため表面が平滑になる。鑄型下端からの溶湯の張り出し状態は鑄型内の溶湯の静水圧による膨らむ力と表面張力による縮まる力とのバランスによって決まり、鑄造速度が増加すると徐々に張り出し量が大きくなって結果として鑄塊径が徐々に大きくなっていくものと推定される。この領域は冷却水が鑄塊に衝突する冷却ポイントに非常に近いため冷却が大きい

くなる。故に、冷却水量が増加すると領域ⅡとⅢの境界まで溶湯が張り出すためには冷却の増加に見合った鑄造速度の大幅な増加が必要となるものと考えられる。

領域Ⅲ：この溶湯の張り出しが破れ、冷却水ジャケットの内面に直接接触して凝固するため鑄塊表面が荒れ、鑄塊径が冷却水ジャケットの内径まで急激に大きくなると推定される。

2.4.2 鑄塊の均質性

図2-15に示した凝固形態推定モデルの領域Ⅰ、Ⅱ、Ⅲに対応した鑄造条件で得られた鑄塊の半径方向における均質性を調べた結果、各領域において鑄塊表面近傍でマイクロ組織やDASが微妙に変化したり偏析していることがわかった。結果的には領域Ⅱの凝固界面が鑄型下端からはみ出して、鑄型と無接触状態で凝固していると推定される鑄塊が組織的にも成分的にも最も均質であることがわかった。ここで、それぞれの領域における鑄塊の組織、偏析に関する生成要因を図2-15に示した凝固形態の推定モデルを基に考察すると、

領域Ⅰ：鑄型内凝固状態では、低速鑄造でかつ鑄型からの冷却が少ないため、凝固界面が平坦な一方向凝固状態になっていると推定され、半径方向の熱分布は均一となり、結果的にDASは均一になると考えられる。しかし、凝固界面から水冷までの距離が長く、かつ鑄型のテーパおよび鑄塊の凝固収縮で鑄型と鑄塊の間に生じたエアギャップによって鑄塊表面近傍に徐冷帯や局部的再溶融領域が発生し、溶質の偏析が生じるものと考えられる。

領域Ⅱ：鑄型と無接触状態で凝固している場合には、何ものにも接触せず凝固直後に冷却水によってのみ急冷される。故に、鑄塊表面近傍におけるDASの変化や偏析が生じがたく、組織が微細、均一でかつ偏析もない良好な鑄塊が得られるものと考えられる。

領域Ⅲ：水冷ジャケット内壁に接触して凝固している場合には、ジャケット内壁との接触による急凝固と凝固収縮による徐冷との周期的な凝固

状態の変化によって、鋳塊表皮近傍の DAS が変化し、溶質の偏析も発生するものと考えられる。

比較として、従来法である DC 鋳造法と気体加圧式ホットトップ鋳造法で工業生産された直径 155mm の 6063 アルミニウム合金鋳塊を同様な方法で測定した。その表皮近傍半径方向の DAS の分布を 図 2-16 に、マグネシウムのマクロ的な濃度分布を 図 2-17 に示す。図か

らわかるように、一般的に DC 鋳造法では鋳型と鋳塊の接触急冷、収縮徐冷の影響が大きく現れて表皮近傍の DAS が大きく、その変化に併せて溶質の逆偏析が大きくなっている。気体加圧式ホットトップ鋳造法では鋳型が短かつ導入気体により鋳型冷却が緩和されているため DC 鋳造法ほどの大きな変化は見られず、表皮近傍では正常な正偏析の傾向を示している。これら従来法と比べると、本鋳造法の鋳型と無接触状態で凝固していると推定される領域 II で得られる鋳塊は、非常に均一で偏析もない高品質の鋳塊であることがわかる。

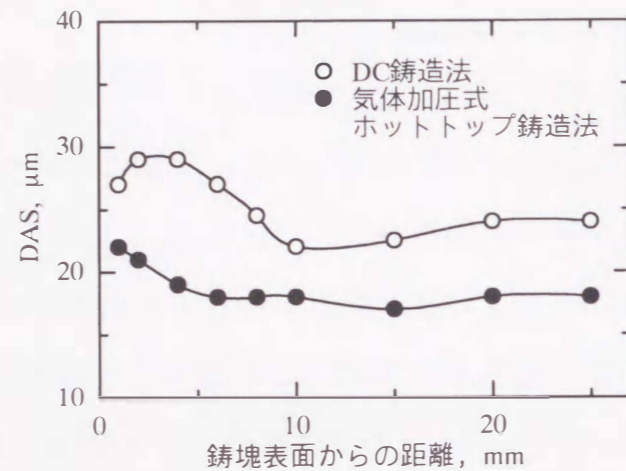


図 2-16 工業生産6063アルミニウム合金 155mmφ鋳塊の表皮近傍半径方向のDASの分布

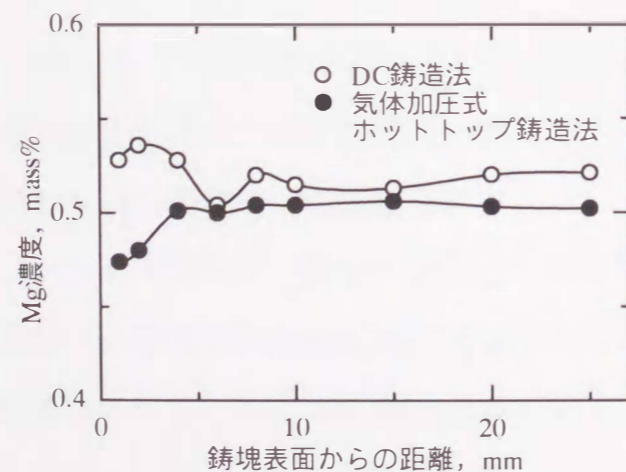


図 2-17 工業生産6063アルミニウム合金 155mmφ鋳塊の表皮近傍半径方向のMg濃度分布

2.4.3 本鋳造法における冷却速度と DAS の関係

本鋳造法における冷却速度と DAS の関係を調べたところ、前述したごとく、得られた式 (2) は定数 A の値 96.6 がこれまで報告されているアルミニウム合金の範囲 14 ~ 85⁶²⁾ より大きく、さらに実線の傾き -0.57 は通常値 -1/3 と大きく異なった結果が得られた。ここで 図 2-14 の測定データを詳細に見ると、DAS が約 13 μm の測定値を境として低冷却速度側と高冷却速度側で別個に直線関係が得られる可能性が見られた。そこで、別々に直線を引き直したところ 図 2-18 となり、それぞれの関係式は次のようになった。

$$\text{低冷却速度側} : d = 52.5 C^{-0.38} \text{ ---- (3)}$$

$$\text{高冷却速度側} : d = 253.2 C^{-0.80} \text{ ---- (4)}$$

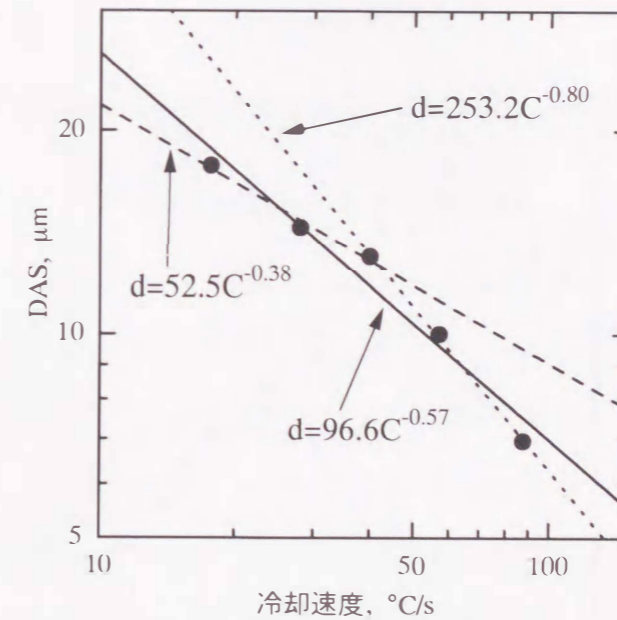


図 2-18 冷却速度と DAS の関係
実線：全データ関係線
破線：低冷却速度側関係線
点線：高冷却速度側関係線

低冷却速度側の関係式 (3) は堀内らが報告した本合金の関係式⁶⁵⁾

$$d = 85 C^{-0.38} \text{ ---- (5)}$$

とほぼ合致するものの、高冷却速度側の関係式 (4) はさらに定数A, 傾きとも大きく異なっている。

この現象が本鋳造法特有のものか合金の特有のものかを確認するため、6061アルミニウム合金とAl-2.5%Mg合金について、同様な方法で冷却速度とDASを測定し、両者の関係を調べた。図2-19に6061アルミニウム合金、図2-20にAl-2.5%Mg合金の測定結果を示す。その結果、やはり低冷却速度側と高冷却速度側で別個の直線関係が認められ、以下のような関係式が得られた。

< 6061 アルミニウム合金 >

$$\text{全データ} : d = 66.6 C^{-0.46} \text{ ---- (6)}$$

$$\text{低冷却速度側} : d = 50.7 C^{-0.35} \text{ ---- (7)}$$

$$\text{高冷却速度側} : d = 266.5 C^{-0.83} \text{ ---- (8)}$$

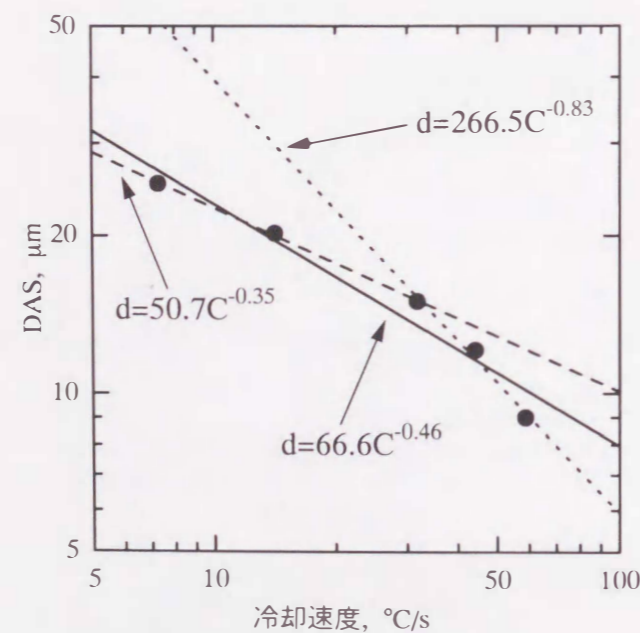


図 2-19 6061アルミニウム合金での冷却速度とDASの関係
 実線：全データ関係線
 破線：低冷却速度側関係線
 点線：高冷却速度側関係線

< Al-2.5%Mg 合金 >

$$\text{全データ} : d = 90.2 C^{-0.54} \text{ ---- (9)}$$

$$\text{低冷却速度側} : d = 66.5 C^{-0.41} \text{ ---- (10)}$$

$$\text{高冷却速度側} : d = 150.7 C^{-0.69} \text{ ---- (11)}$$

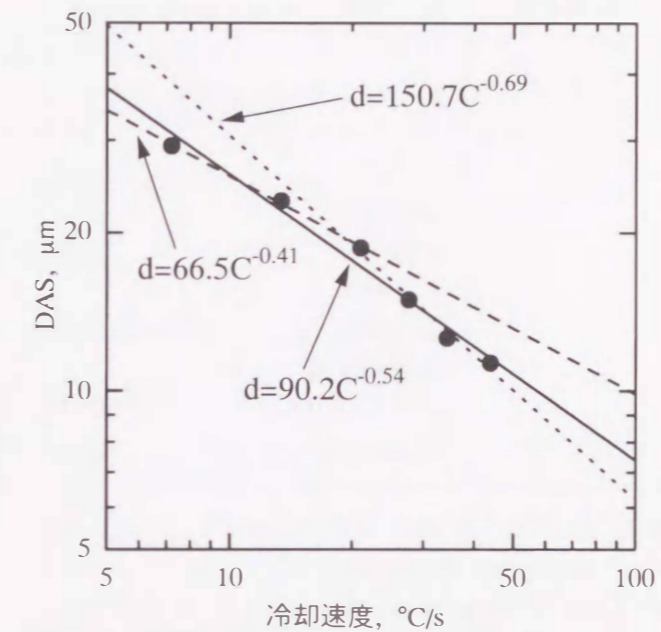


図 2-20 Al-2.5% Mg合金での冷却速度とDASの関係
 実線：全データ関係線
 破線：低冷却速度側関係線
 点線：高冷却速度側関係線

アルミニウム合金についてこれまで報告されている冷却速度とDASの関係を表2-2に示すが、前述したごとく、報告されているアルミニウム合金の定数Aに関しては14~85で、傾きは-0.25~-0.42とほぼ-1/3となっている。しかし、本鋳造法で得られた鋳塊では、6063アルミニウム合金の関係式(2)同様、6061アルミニウム合金の関係式(6)、Al-2.5%Mg合金の関係式(9)ともやはりこれまでの報告値と大きく異なっていた。かつ、関係式が低冷却速度側と高冷却速度側に分離でき、低冷却速度側の関係式(7)、(10)はこれまで報告されている関係式とほぼ合致するが、高冷却速度側の関係式(8)、(11)では定数A, 傾きとも大きく異なるという結果が得られた。このことから、この現象は本鋳造法特有のものであるといえる。

表 2-2 各種アルミニウム合金の DAS と冷却速度の関係

No.	関係式	合金系	文献
1	$d=62 \cdot C^{-0.337}$	Al-5%Si Al-10%Mg Al-4%Cu-2%Ni-1.5%Mg Al-6.2%Si-3.7%Cu (A319 合金) Al-5%Si-1.2%Cu-0.5%Mg (A355 合金) Al-7%Si-0.3%Mg (A356 合金)	68)
2	$d=41 \cdot C^{-0.32}$	Al-Cu Al-1%Fe Al-6%Pb Al-11%Si Al-8%Cu Al-Cu 粉末	69)
3	$d=49 \cdot C^{-0.39}$	Al-4.5%Cu	70)
4	$d=43 \cdot C^{-0.32}$	Al-(2, 3, 4, 5)%Mn	71)
5	$d=77 \cdot C^{-0.42}$	Al-8%Fe	72)
6	$d=33.4 \cdot C^{-0.33}$ $d=14 \cdot C^{-0.36}$	Al-(0.25, 0.55)%Fe Al-Mn	73)
7	$d=85 \cdot C^{-0.38}$	Al-0.5%Mg-0.3%Si (6063 合金)	65)
8	$d=78 \cdot C^{-0.38}$	Al-4%Zn-1%Mg (Al-4%Zn-2%Mg)	74)
9	$d=45 \cdot C^{-0.32}$	Al-3%Mg	75)
10	$d=76 \cdot C^{-0.41}$	Al-28.5%Ni	76)
11	$d=29 \cdot C^{-0.30}$	アルミニウム合金	77)
12	$d=50 \cdot C^{-0.41}$	Al-4.5%Cu	78)
13	$d=51 \cdot C^{-0.25}$ $d=42 \cdot C^{-0.25}$ $d=39 \cdot C^{-0.25}$ $d=32 \cdot C^{-0.25}$ $d=27 \cdot C^{-0.25}$	Al-2.8%Si Al-4.3%Si Al-5.0%Si Al-6.9%Si Al-8.4%Si	66)

一般的に、DASはKattamisらの解析によると次式に示すごとく溶液中の溶質濃度、拡散係数、平衡分配係数や固液界面エネルギー、凝固時間などの因子によって決まるとされる⁷⁹⁾。

$$d^3 \propto \frac{D_L \sigma T}{m C_L (1 - \kappa) L} t \quad (12)$$

D_L : 溶質の拡散係数

σ : 固液界面エネルギー

T : 温度

m : 液相線勾配

C_L : 溶質濃度

κ : 平衡分配係数

t : 保持時間

式(12)は温度Tでデンドライト(樹枝状晶)を時間t保持した時に起こるDASを予測するに適しているが、凝固する溶湯中ではTおよび C_L の値が変化するので、DASを予測する式としては不適である。そこで、式(12)の比例定数が凝固温度範囲内の全ての温度で不変であるとして次式に変えられる。

$$d^3 \propto \frac{D_L \sigma T_0 \log(C_f / C_0)}{m (C_f - C_0) (1 - \kappa) L} \theta \quad (13)$$

C_0 : 合金の溶質濃度

C_f : 固相線温度における液体の溶質濃度

T_0 : 液相線温度と固相線温度の中間温度

θ : 凝固時間

この式(13)をさらに使用しやすいように凝固時間の代わりに凝固温度範囲内の平均冷却速度Cに変えたものが次式である。

$$d^3 = \frac{D_L T_0 \log \kappa}{(\kappa - 1) C} \quad \text{--- (14)}$$

ここで、 $A = \frac{D_L T_0 \log \kappa}{(\kappa - 1)}$ とすると、単純化した関係式(1)が得られる。

故に、関係式(1)では溶質濃度、拡散係数や平衡分配係数等の因子は定数Aに含まれ、冷却速度の指数は-1/3と一定になる。従って、近似された直線の傾きは常に-1/3と一定になるはずであるが、**図2-18**ではDASが約13 μ m以下で-0.80と明らかに異なる。ここで、約13 μ mというDASの値は鑄造速度150mm/min時の測定値で、**図2-6**および**図2-7**に示したごとく、鑄型内凝固状態と無接触凝固状態の境界に相当している。無接触凝固状態以降の高速側では凝固界面が冷却水の接触位置から数mmの至近距離で急冷状態となっており、凝固時間が短縮されると考えられる。しかし、凝固時間は前述の関係式によると冷却速度の項に含まれ、指数の大きさには無関係である。従って、今回得られた傾き-0.80という値は、従来論じられてきたDASと冷却速度の関係式では説明できず、本鑄造法では無接触状態以降の高速鑄造側にDASが急激に小さくなるといった特異な現象があることがわかる。過去の研究にはDASが10 μ m前後と小さな領域での冷却速度との関係を詳細に調べた報告がなく、今回のような特異な現象を説明できる報告例もない。故に、この現象については本研究結果をさらに詳細に検討し、原因を明らかにする必要があると考える。

2.5 結言

耐火物製断熱構造の鑄型を用いた連続鑄造法を考案し、6063アルミニウム合金を用いて鑄造実験を行い、その鑄塊の基本的諸特性を調べて次の結果を得た。

- (1) 本鑄造法では特定鑄造条件下で表面が非常に平滑な鑄塊が得られる。
- (2) 鑄造条件と鑄塊表面状態および鑄塊径の関係から、特定鑄造条件下で鑄塊表面が平滑になるのは、凝固界面が鑄型下端からはみ出し、鑄型と無

接触の状態で凝固が進行するためと推定される。

- (3) 鑄型と無接触状態で凝固していると推定される領域ではマイクロ組織が微細、均一で偏析もない均質な鑄塊が得られる。
- (4) 鑄造速度の増加とともに冷却速度が大きくなり、DASが微細化した。そのDASと冷却速度の関係を解析したところ、鑄型内で凝固する状態では従来から報告されている関係式と一致するが、鑄型と無接触で凝固していると推定される領域以降の高速鑄造側では従来の関係式では説明できないDASが急激に小さくなる特異な現象があることがわかった。このことは、本鑄造法が加工性に大きく影響するとされるDASの微細化に有効であり、高品質、高加工性の鑄塊が得られる鑄造法として大いに期待されるものと考えられる。

第3章 断熱鑄型方式による豎型半連続鑄造法の凝固状態

3.1 緒言

アルミニウムの半連続鑄造法は、鑄型冷却と直接水冷の二重冷却構造に起因する鑄塊表面およびその近傍に発生する各種欠陥を解消するため様々な技術改良が行われてきた⁶⁰⁾。その手法としては鑄型と溶湯の接触を最小化するか完全になくすること、つまり鑄型での冷却の低減をポイントとしたものであり、その代表的な技術として気体加圧式ホットトップ鑄造法^{18), 19), 20), 21), 22), 23)}、電磁鑄造法^{26), 27), 31)} やOCCプロセス⁵¹⁾ などが開発、実用化されてきた。

本研究では、これらの鑄造技術の開発目的と同様に従来法の基本的問題点である二重冷却構造を解消して鑄塊品質の向上をはかり、かつ装置的な構造も単純でコントロールも容易な鑄造法として、鑄型を断熱構造として鑄型直下から噴出する冷却水のみで鑄造する新しい半連続鑄造法を考案した⁵³⁾。前章では、その鑄造法の概要を紹介し、試作した小型実験装置により6063アルミニウム合金を用いて鑄造実験を行い、本鑄造法の基本特性および鑄塊の組織的、成分的な均質性について調べた結果を述べた。その結果、本鑄造法の特筆される特徴として、ある特定条件下で鑄塊表面が非常に平滑になり、その原因として凝固界面が鑄型下端からはみ出して鑄型と無接触の状態での凝固が進行している可能性があることを示した。

本章では、この鑄型と無接触状態で凝固が進行するといった特異な現象を実験的に確認すべく、凝固時に固液共存領域がほとんどない99.9%アルミニウムを用いて鑄造実験を行い、凝固界面形状およびその位置を詳細に調べて鑄塊の表面状態、径の変化と凝固形態の関係を明らかにし、本鑄造法の凝固モデルを提唱する。さらに、これら凝固界面の挙動や鑄塊の径に及ぼす鑄造因子の影響について調べた結果も含め以下に述べる。

3.2 実験方法

3.2.1 鑄造実験装置

鑄造実験装置は基本的に前章で使用したものと同一である。しかし、今回の研究では鑄型と冷却水ジャケットの構造を一部改良した。その鑄造部の概略図を図3-1に示す。鑄型は潤滑剤を塗布した耐火物製から自己潤滑性のある黒鉛製円筒型スリーブを断熱材ホルダにはめ込んだ断熱構造に改良した。鑄型の内部形状は前章の鑄型と同じで、高さ42mm、上部開口直径47mm、下部開口直径51mmのテーパ状円筒形である。この鑄型構造の改良目的は、

- 1) 鑄型に自己潤滑性を持たせ、鑄造初期の安定性をさらに向上する。
- 2) 鑄型下端コーナー部の形状をシャープにし、鑄塊表面をより滑らかにする。
- 3) 鑄造初期における鑄型温度の安定化を早める。

などである。断熱性に関しては、鑄型を高断熱性耐火物のホルダにはめ込むことにより確保している。

また、冷却水ジャケットからの冷却水噴出形態を膜状からシャワ状に変更している。この変更目的は、

- 1) 冷却水膜内の減圧現象^{注)}による鑄型への水の逆流現象を防止する。

注) 冷却水の噴出形態が膜状では鑄塊周囲に水膜による閉じられた空間が形成され、その空間が水流によって減圧状態になり、冷却水の一部

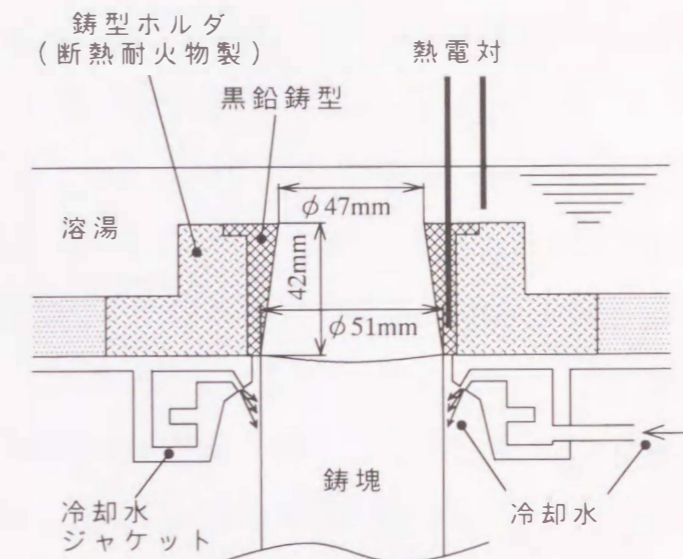


図 3-1 鑄造部概略図

が内部に上昇して鑄型内に逆流する問題があった。シャワ状にすることにより水膜による閉じられた空間ができないため、冷却水の逆流現象が防止できる。

2) 冷却水の流速向上による冷却能強化。
などである。

3.2.2 鑄造実験方法

鑄造実験には凝固界面形状やその位置を求めやすいように固液共存領域がほとんどない99.9%アルミニウムを用いた。鑄造手順は図3-2に示すごとく、前章の実験手順(図2-3)と比べると鑄造開始時に鑄型にストッパーを用いていない点が異なっている。まず、予熱した溶湯保持タンディッシュに予め電気溶解炉で溶解した8kgの溶湯を供給して温度調

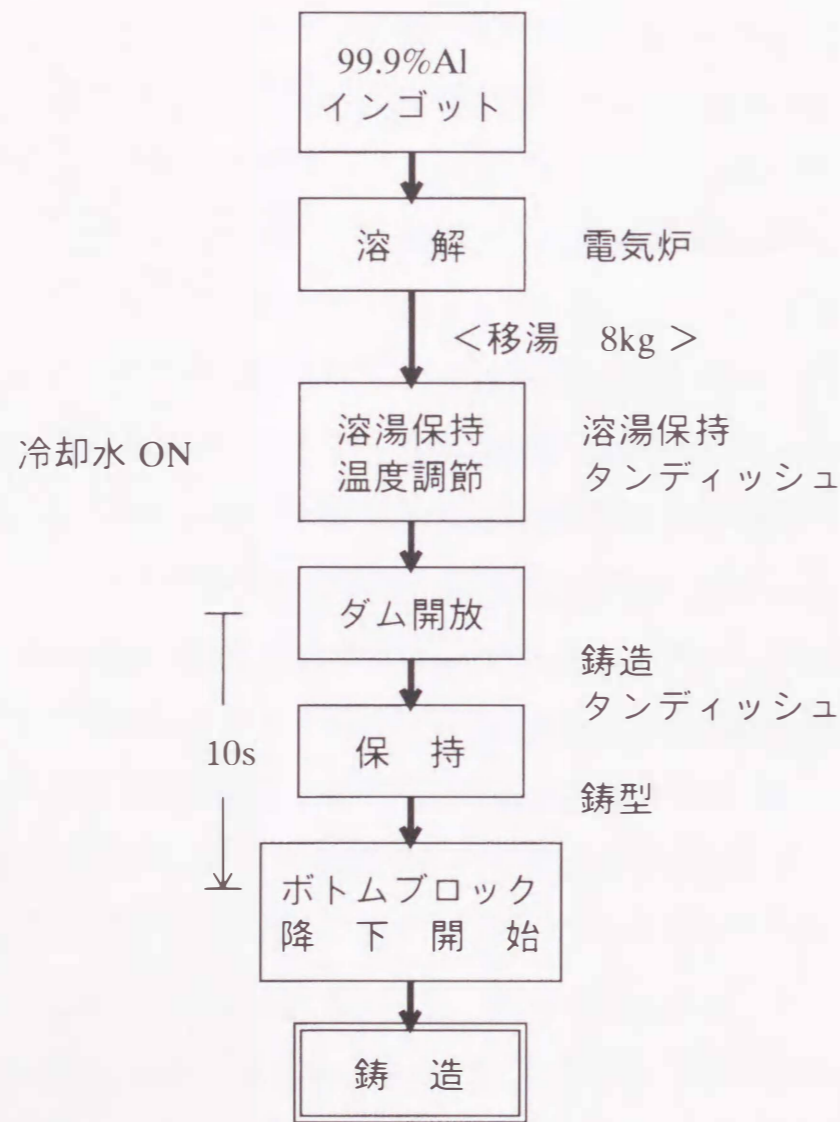


図 3-2 鑄造手順

整を行った。この段階で冷却水は予め出しておく。溶湯が目標温度に達した後、ダムを開放して鑄造タンディッシュに溶湯を供給すると同時に鑄型内に溶湯を流し込み、10s間保持して凝固殻を形成させボトムブロックを降下した。鑄造温度は鑄型直上約5mmに熱電対を設置して溶湯温度を測定し、LPGトーチバーナ

にて700℃にコントロールした。また、鑄型内に上部から30mm、内面から1mm内部の位置に熱電対を挿入して鑄型温度を監視した。

凝固形態の確認実験は、冷却条件を冷却水量20l/min、冷却水温18℃、冷却水ピットの水面位置を鑄型下端より300mm一定とし、鑄造速度を100~250mm/minの範囲で変化させて行った。凝固形態に及ぼす鑄造因子の影響確認実験は、鑄造因子として鑄造温度、冷却水量、冷却水温および冷却水ピット水位を取り上げ、他の因子を固定した中で各鑄造因子と鑄造速度を100~250mm/minと変化させて行った。各鑄造因子の変化範囲は鑄造温度を675~730℃、冷却水量を10~25l/min、冷却水温を8~32℃、冷却水ピット水位を鑄型下端から100, 300mmおよびピット内に水を張らないドライピット状態とした。

鑄造温度、鑄造速度、冷却水量、鑄造長さおよび鑄型温度はペンレコーダに記録してその変化を測定した。図3-3に鑄造温度700℃、鑄造速度200mm、冷却水

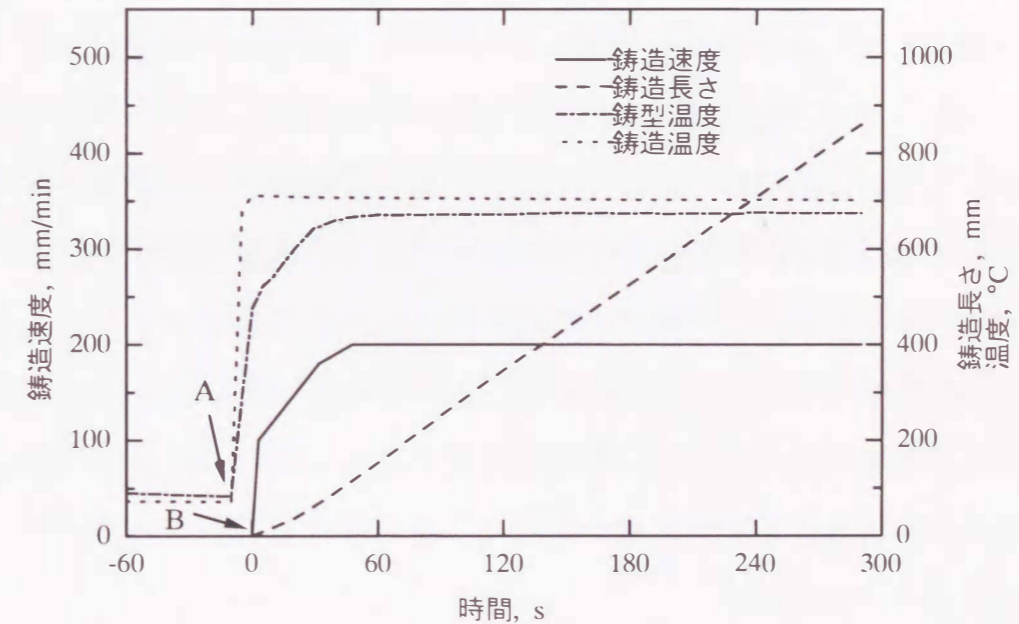


図 3-3 鑄造測定記録例

A: ダム開放
B: ボトムブロック降下開始
A-B: 鑄型内での保持時間

量 20l/min での測定記録の一例を示す。Aでダム開放、Bでボトムブロック降下開始である。故に、A-B間が鋳型内における溶湯の保持(10s)になる。また、**図3-3**と前章の**図2-4**を比較すると、鋳型を黒鉛製の断熱構造としたことにより、鋳型温度が短時間で安定化していることがわかる。これは熱伝導性が高い黒鉛を使用したことにより鋳造初期の溶湯からの吸熱が速く、鋳型温度が短時間で昇温、定常化するためと考えられる。

3.2.3 観察および測定項目とその方法

以上のような鋳造実験を行って以下の項目について観察および測定を行った。

1) 鋳塊の外観観察と直径測定

各水準の鋳造条件で得られた鋳塊の表面状態を詳細に観察するとともに、その直径をノギスで測定し鋳造速度との関係を確認した。

2) 凝固界面の形状観察

凝固界面の形状は、鋳造中に鋳型上部より少量のすずを添加して凝固界面上にすずの層を形成し、得られた鋳塊の縦断面マクロ組織から求めた(以降、すず添加法と称す)。この方法については鉛、ビスマス等の低融点金属を中心に添加物の種類や添加方法も含め数多くの予備実験で検討し、その再現性などの検討結果からすずの添加が最適な方法と決定した。具体的な添加方法は、細い鋼線の先端に薄板状に成形したすずを約2g取り付け、観察断面の直径方向に鋳造中に鋳型上部から挿入する(添加位置を極力凝固界面の形状に近く、かつ近距離で投入する)。同一条件での凝固界面形状の再現性が非常に高いことは予備実験で確認している。

3) 凝固界面の位置測定

凝固界面の位置は**図3-4**に示す方法で測定した。これは、鋼線を凝固界面に接触させてその位置を測定する方法である。具体的な方法は、置針型のマーカーを取り付けた直径1mmの鋼線を鋳造中に鋳型中心から半径方向に3mm間隔で垂直に挿入して凝固界面に接触させる。マーカーは基準位置に接触してその位置に止まるような構造になっているので、凝固界面に接

触した時点のマーカーと鋼線の先端までの距離を測定することにより、基準位置と鋳型上端の基準距離および鋼線の熱膨張の関係から凝固界面の鋳型内における位置が決定できる(以降、鋼線挿入探深法と称す)。この方法によって半径方向3mm

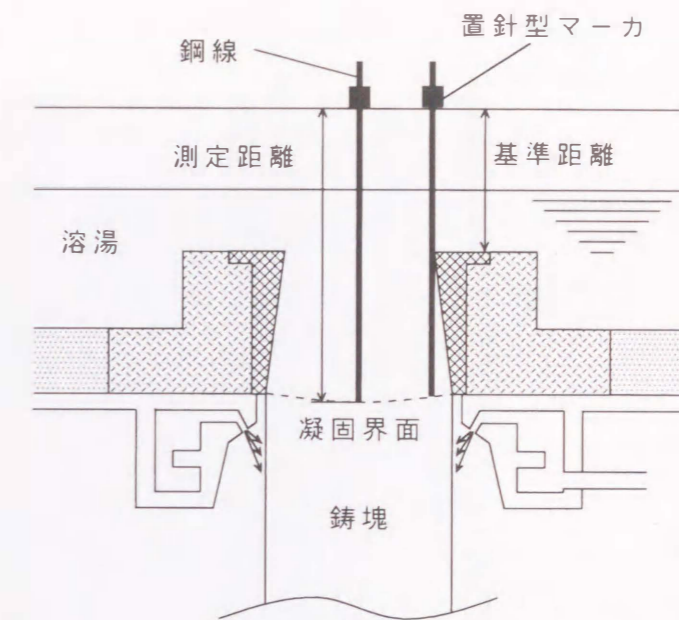


図 3-4 鋼線挿入探深法概略図

間隔の凝固界面位置が測定でき、基本的には凝固界面形状も測定できることになる。ただし、この方法では、鋳型が下開きのテーパ形状になっているため鋳型壁近傍の凝固界面位置や形状が測定できない欠点がある。

4) 鋳塊表面凝固部と鋳型の接触状態観察

鋳型下端近傍での鋳塊表面凝固部と鋳型との接触状態を詳細に確認する方法として、鋳造中にボトムブロックの降下を急停止して鋳塊をそのまま凝固させ、その時点での鋳塊の形状を凍結し、その外観、縦断面形状を観察した。なお、ボトムブロックの停止動作は装置の機構上慣性的な動きはせず瞬間的に停止する。

3.3 実験結果

3.3.1 鋳造速度による鋳塊の外観および直径の変化

鋳造温度 700℃, 冷却水量 20l/min, 冷却水温 18℃, 冷却水ピットの水面位置が鋳型下端より 300mm の一定条件において、鋳造速度 150, 210, 250mm/min で

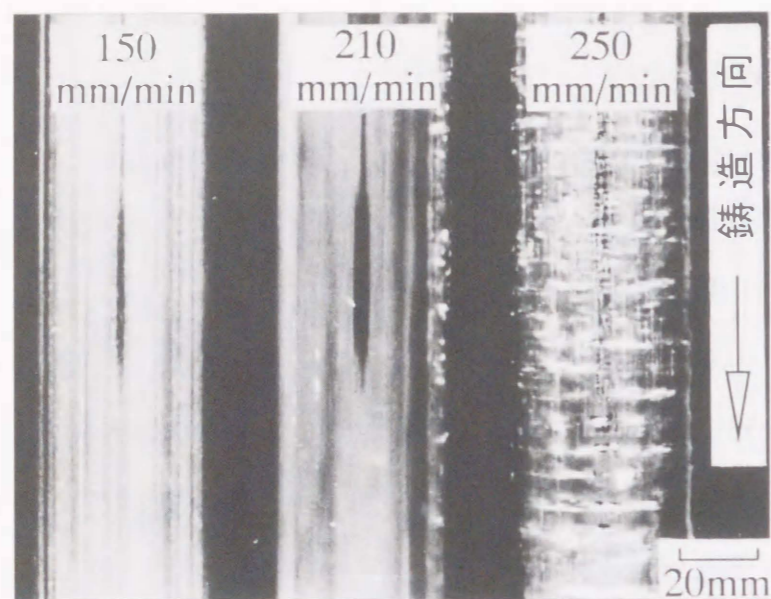


図 3-5 鋳造速度による鋳塊表面の変化

得られた鋳塊の表面状態を図3-5に示す。図に示すごとく、150mm/minでは擦り傷が観察されるが210mm/minでは平滑な鏡面状態になり（図では鏡面状態のため隣接鋳塊の表面や接写機材が写り込んでいるが、全面鏡面状態になっている。）、250mm/minでは凹凸状態になっている。このように99.9%アルミニウムでも前章で述べたような鋳造速度が変わると鋳塊の表面状態が大きく変化する現象が認められた。しかし、前章の図2-6に示した6063アルミニウム合金での鋳塊表面状態の変化に比べ、本実験の99.9%アルミニウムでは平滑な鏡面状態の鋳塊表面が鋳造速度210mm/min近傍という狭い範囲でしか得られず、その前後で表面状態が大きく変化する点が異なっていた。

一方、改良した鋳型は前章と同じく鋳造初期の鋳塊引き抜きの安定化や摩擦低減を図るために、下部に広がるテーパ形状になっている。故に、鋳造速度が変化すれば凝固界面の位置が移動し、それに伴って鋳塊径が変化するはずである。そこで、前章と同様に鋳造速度を変化させて得られた鋳塊の径を測定し、鋳造速度

との関係を確認した。その結果を図3-6に示す。図からわかるように、鋳造速度が210mm/minまでは鋳造速度の増加とともに鋳塊径が徐々に増加するが、210mm/minを越えると鋳塊径の増加が急激に大きくなっている。この鋳塊径の変化に対応して前述の鋳塊表面状態も変化しており、210mm/min未満では擦り傷が観察され、210mm/min以上では凹凸状

態に、その境界の210mm/minでは鏡面状態になっている。この鋳塊径の変化は前章の図2-7に示した6063アルミニウム合金での結果と傾向は似ているものの、鋳塊表面が鏡面状態になる210mm/minまでの鋳塊径の変化が直線的ではなく速度が増加するとともに鋳塊の増加割合が減少している点が異なっている。さらに鋳塊径の変化を詳細に観察すると、図3-6中に拡大して示したように、鋳塊表面が鏡面状態になる200から210mm/minの間で鋳塊径の増加割合が大きくなっていることがわかった。

3.3.2 鋳造速度による凝固界面の形状、位置の変化

すず添加法によって得られた各鋳造速度での凝固界面形状を図3-7に示す。鋳塊を横断して黒い帯状のものが見られるが、これが凝固界面上に堆積したすずで、この下面が凝固界面の形状を示している。図に示すごとく、100mm/minではほとんど凝固界面が平坦で一方向凝固の形態を示しているが、鋳造速度が増加するとともに凝固界面が鋳造方向に凸型に湾曲していくことがわかる。その凝固界

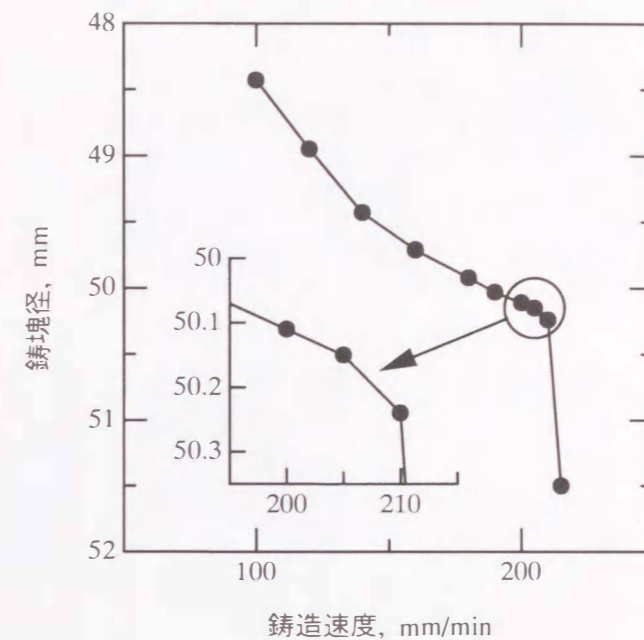


図 3-6 鋳造速度と鋳塊径の関係

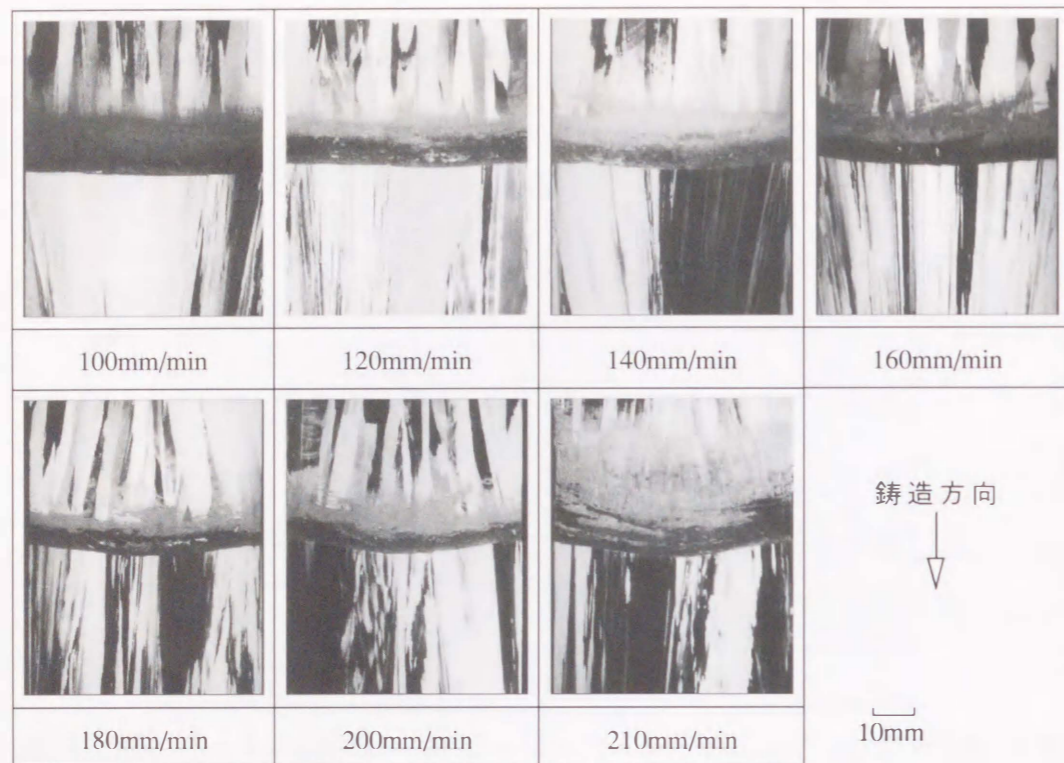


図 3-7 すず添加法によって得られた各铸造速度での凝固界面形状

面の深さの変化を図3-8に示すが、最も湾曲した210mm/minでもその深さが約3mmと少なく、本铸造法では基本的に凝固界面がほぼ平坦な一方向型の凝固様式であることがわかった。また、各铸塊に見られる铸造方向に成長した柱状晶からも一方向性の強い凝固様式であることが伺える。

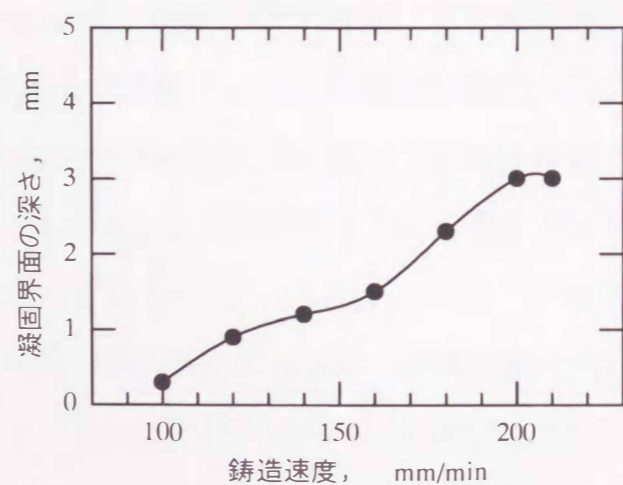


図 3-8 铸造速度と凝固界面深さの関係

しかし、このすず添加法からは凝固界面の形状、深さの情報しか得られない。そこで、次に凝固界面の位置の情報を得るために鋼線挿入探深法を用いて各铸造

速度での凝固界面位置を測定した。その結果を図3-9に示す。本法では測定値が半径方向に3mm間隔で得られるため、単なる位置のほかには測定点をつなぐと形状の情報も得ることができる。図に示すごとく、铸造速度の増加とともに凝固界面が铸型内を降下し、铸造方向に凸型に湾曲していくことがわかる。しかし、この方法では铸型壁近傍の凝固界面の位置、形状を測定できず、铸塊表面を形成する凝固界面と铸型壁の接触位置がわ

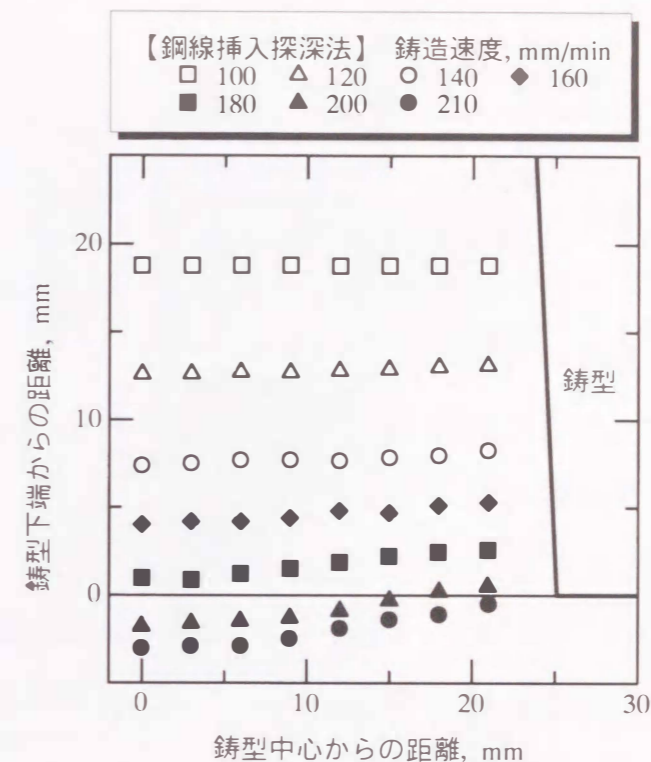


図 3-9 鋼線挿入探深法によって得られた各铸造速度における凝固界面位置

からないという問題がある。そこで、図3-7のすず添加法で得られた凝固界面の形状データを図3-9の凝固界面の位置データに铸型中心位置で重ね合わせ、すず添加法による形状データを基に铸型壁近傍の凝固界面の位置を確認した。そのすず添加法の形状データおよび鋼線挿入探深法の位置データを重ね合わせた結果を図3-10に示す。両測定法から得られたデータは非常に良く一致しており、各铸造速度における凝固界面の挙動を確認することができる。この結果より、铸造速度の増加とともに凝固界面が铸型内を降下し、铸造速度が210mm/minの時に凝固界面と铸型壁の接触位置、すなわち铸塊表面凝固部が铸型下端付近に位置していることがわかる。さらに詳細に解析すると、210mm/minでは凝固界面が铸型下端からわずかに下方にはみ出している可能性があることが判明した(図中の○部分)。つまり、铸造速度210mm/minでは铸塊が铸型と無接触の状態凝固している可能性があるということになる。しかし、すず添加法には添加時に凝

固界面へのすずの到達タイミングにばらつきがある懸念もあり、このすず添加法と鋼線挿入探深法の情報だけでは鋳型下端近傍におけるミクロ的な鋳塊表面凝固部の挙動を確定することができない。そこで次項に述べる方法で鋳型下端近傍における鋳塊表面凝固部の挙動を直接観察した。

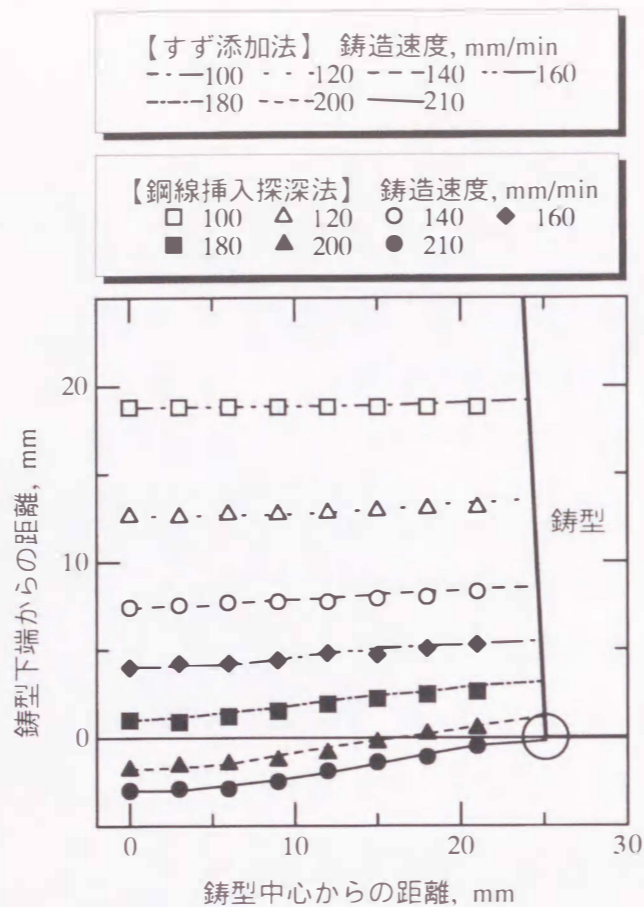


図 3-10 各鋳造速度における凝固界面形状と位置
 鋼線挿入探深法の位置データ+
 すず添加法の形状データ

3.3.3 鋳型下端近傍における凝固状態

鋳造速度210mm/min前後に起こる鋳型下端近傍での鋳塊表面凝固部の挙動を詳細に確認するために、鋳造速度200～220mm/minの範囲で鋳造中にボトムブロックの降下を急停止して鋳型内の溶湯を急冷し、鋳型下端近傍における鋳塊の形状を凍結して観察した。なお、ボトムブロックの停止動作は装置の機構上慣性的な動きはせず瞬時に停止し、かつ凝固界面での凝固速度が210mm/min前後という高速であることから、この方法によって得られる形状は停止時点の鋳型との接触位置における鋳塊形状を保っているものと考えられる。この方法によって得られた鋳塊の鋳型下端近傍の外観およびその縦断面形状を図3-11に示す。上段の外観は、光沢が少ないテーパ部分がボトムブロック降下停止後鋳型と接触して凝固した部分であり、平滑で光沢のある部分が鋳造時に形成された鋳塊表面である。そのテーパ部分と鋳塊表面の境界から試料を切り出して縦断面を研磨し、境界部分の外部

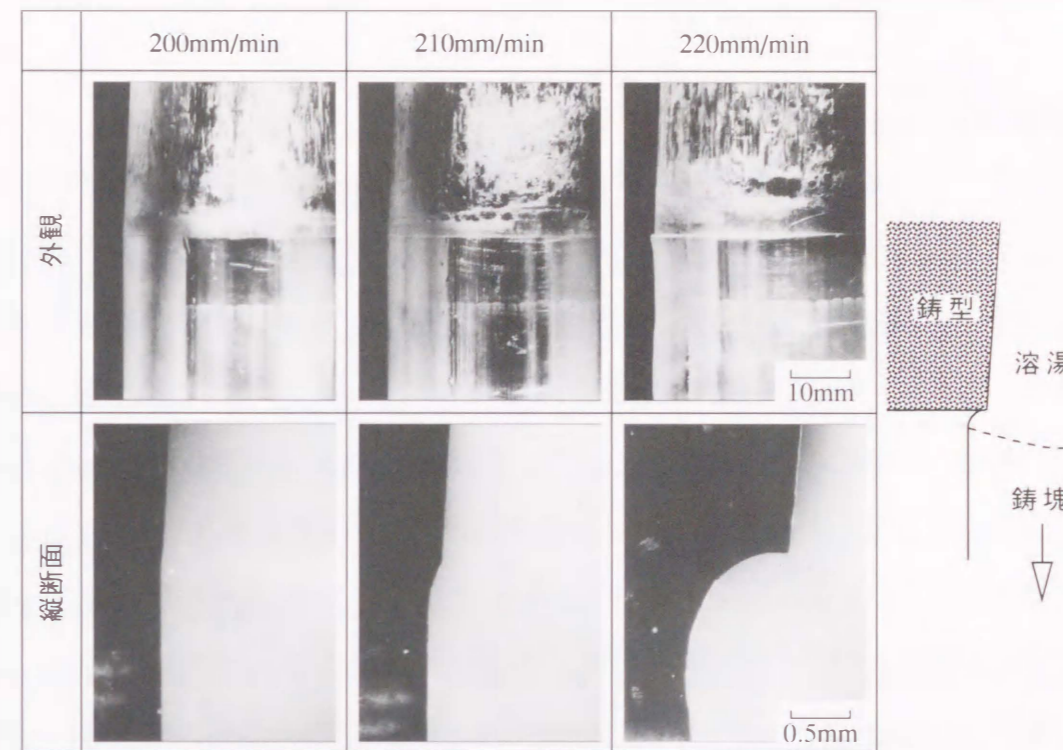


図 3-11 鋳造中にボトムブロックの降下を急停止して得られた鋳型下端近傍の鋳塊形状

形状を拡大して観察したのが下段の図である。図に示すごとく、鋳造速度が200mm/minでは停止後凝固したテーパ部分と鋳造時に形成された鋳塊表面の境界には段差がなく、鋳塊表面が鋳型壁に接触して形成されたことがわかる。ところが、鋳造速度が210mm/minになるとテーパ部分から鋳塊表面にかけて約0.2mm程度の段差が観察された。この状態の模式図を右に示すが、この段差は明らかに鋳塊表面を形成する部分が鋳型下端からはみ出して膨らみ、鋳型と無接触の状態では鋳塊表面の凝固が定常的に進行していることを証明するものである。鋳造速度が220mm/minになると鋳型下端の膨らみがさらに大きくなっているが、その形状を見るに、大きく膨らんでブレイクアウトへと進行していることが観察できた。

3. 4 考察

3.4.1 鑄造速度による凝固界面位置と鑄塊径の関係

前述したように本鑄造法の鑄型は鑄造初期の鑄塊引き抜きの安定化や摩擦低減を図るために、内部形状が下部に広がるテーパ状円筒になっている。故に鑄造速度が変化すれば図3-6に示したように鑄塊径が変化するが、凝固位置と鑄塊径には鑄型のテーパによって明確な関係があるはずである。つまり、鑄塊径からも凝固界面の位置、正確には鑄型と接触している鑄塊表面凝固部の位置が推定できると考えられる。図3-1に示したごとく、鑄型には1/21のテーパ勾配がある。一方、図3-11で示した210mm/minの鑄型下端からはみ出した形状から鑄型下端に位置したときの鑄塊径を知ることができる。つまり、鑄型によって形成されたテーパ部分と鑄型下端からはみ出して膨れた部分の接点の位置が鑄型下端における鑄塊の形状といえる。この部分における直径を測定したところ50.2mmであり、これが鑄型下端における鑄塊直径であるといえる。この50.2mmという

実測値と鑄型のテーパ勾配から、図3-12に示すような鑄塊と鑄型の接触位置関係が推定できる。この関係より、次式で鑄塊表面凝固部の鑄型下端からの接触位置と鑄塊径の関係が計算できると考えられる。

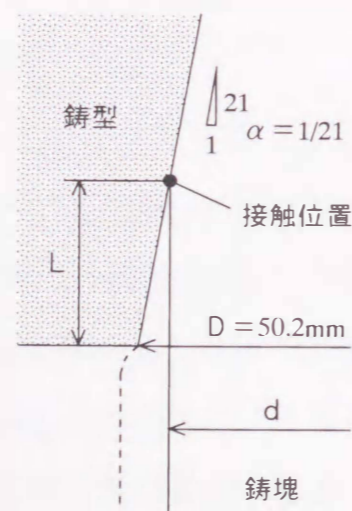


図 3-12 鑄塊と鑄型の接触位置関係

$$L = (D - d) / 2 \cdot \alpha \quad \text{--- (1)}$$

L：鑄型下端からの接触位置 (mm)

D：鑄型下端での鑄塊直径 [50.2] (mm)

d：測定鑄塊径 (mm)

α ：鑄型内面テーパ勾配 [1/21]

この(1)式に図3-6に示した各鑄造速度における鑄塊径の測定値を代入して計算した鑄型下端からの鑄塊表面凝固部の接触位置と、図3-10に示したすず添加法および鋼線挿入探深法によって得られた鑄型壁面と鑄塊表面凝固部の接触位置を比較した結果を図3-13に示す。図に示すごとく、両データは非常に良く一致しており、この点からもすず添加法と鋼

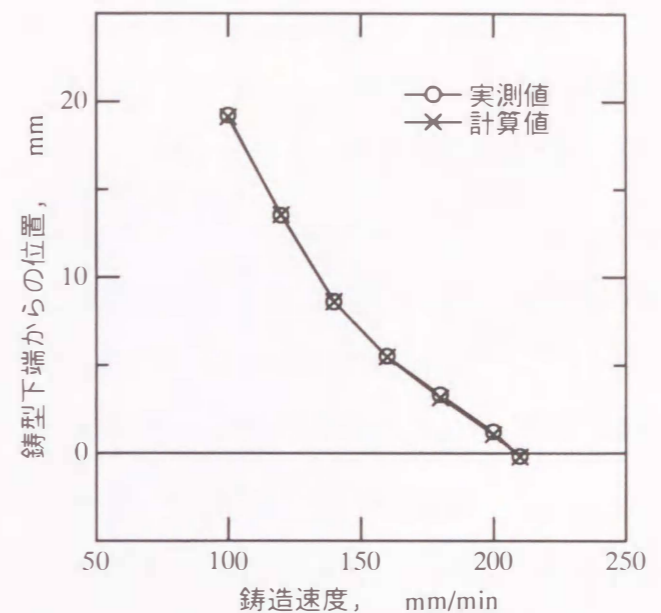


図 3-13 鋼線挿入探深法およびすず添加法で実測した場合と鑄塊径および鑄型形状から計算した場合の鑄造速度と鑄塊表面-鑄型接触位置の比較

線挿入探深法の位置データが正しいとすることができる。一方、この結果は、鑄塊径が凝固界面位置、正確には鑄塊表面凝固部と鑄型壁面の接触位置の決定に利用できることを示しており、鑄塊径を測定することによって鑄型内における凝固界面の挙動を推定できることになる。ただし、当然ながら鑄型下端から凝固界面がはみ出した鑄造速度210mm/min以上の場合にはこのような関係は成り立たない。

3.4.2 本鑄造法における凝固モデル

以上の鑄造速度と鑄塊表面状態、鑄塊径および凝固界面の挙動を調べた結果から、本鑄造法における凝固状態は図3-14に示すような3タイプにモデル化できる。

- a) 鑄造速度が210mm/min未満の低速では鑄塊表面凝固部が鑄型壁と接触して鑄塊が形成され、鑄型との摩擦により鑄塊表面に擦り傷が発生し、鑄造速度の増加とともに鑄塊表面凝固部が降下するため鑄塊径が徐々に大きくなる。

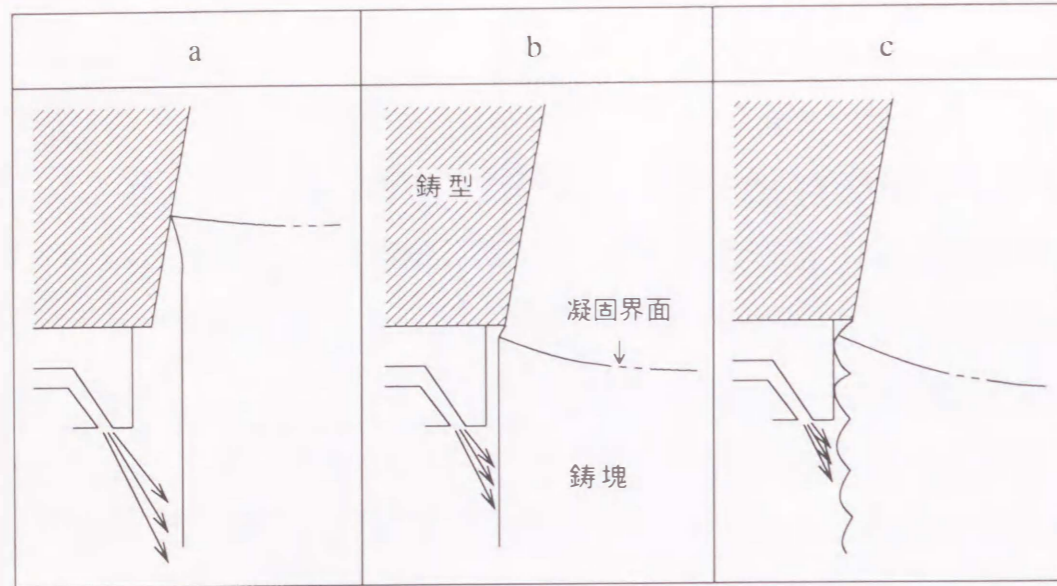


図 3-14 断熱鑄型方式による豎型半連続鑄造法の凝固モデル

- b) 鑄造速度 210mm/min では鑄塊表面凝固部が鑄型下端から外れ、溶湯の表面張力と静水圧のバランスがとれた状態で鑄型と無接触で鑄塊の凝固が進行する。その結果、鑄塊表面は自由凝固になり非常に平滑な鏡面状態となる。
- c) 鑄造速度 210mm/min を越えると鑄型下端から外れた鑄塊表面凝固部がさらに降下するため、張り出していた溶湯の表面張力と静水圧のバランスが崩れてブレイクアウトし、冷却水ジャケットの内壁と接触して凝固が進行するようになる。その結果、冷却水ジャケット内壁との摩擦により鑄塊表面が荒れるとともに、急激な冷却によって凝固収縮とブレイクアウトが周期的に発生する凹凸状態に変化する。また、鑄塊径も急激に冷却水ジャケット内壁の径まで大きくなる。

以上のように、前章図2-15に示した鑄塊表面および鑄塊径の変化から推定したモデルを実験的に確認、証明することができ、本鑄造法の大きな特徴として、特定条件下で凝固界面が鑄型からはみ出して無接触状態で凝固が進行し、非常に平滑な表面の鑄塊が得られることが明確になった。

ところで、前章で述べた 6063 アルミニウム合金と本実験の 99.9% アルミニウムの結果を比較すると、図3-14に示した凝固モデルの b) に相当する無接触凝固状態での鑄塊表面状態の変化に若干の違いが認められる。すなわち、6063 アルミニウム合金には鑄塊表面が平滑になる速度領域に幅があるが、99.9% アルミニウムではその幅が非常に狭いことである。これは固液共存領域の有無による影響と考えられる。つまり、固液共存領域がほとんど無い 99.9% アルミニウムでは鑄型下端で発生する溶湯の張り出しのバランスが微妙になるのに対し、固液共存領域(平衡状態時液相線温度: 655℃, 固相線温度: 615℃)を持つ 6063 アルミニウム合金では鑄型からの溶湯のはみ出し領域が固液共存状態になっており、その表面張力と静水圧のバランスに幅が出てくるものと考えられる。結果として、固液共存領域をもつ 6063 アルミニウム合金の方が無接触凝固状態になる速度領域の幅が広がるものと推定される。

以上、本鑄造法における凝固状態を図3-14に示したようにモデル化したが、このような凝固状態から連想される従来の鑄造法として、b) の凝固状態は OCC プロセス、c) の凝固状態はホットトップ鑄造法が上げられる。c) の凝固状態は、鑄型がヘッダーで冷却水ジャケットが鑄型に相当し、ホットトップ鑄造と同様な凝固状態である。b) の凝固状態は、鑄型下端より溶湯が張り出して鑄型と無接触で凝固が進行する点で OCC プロセスと類似している。しかし、OCC プロセスの基本的特徴は加熱した鑄型を用いることであり、本鑄造法の加熱も冷却もしない断熱構造の鑄型を用いていることと基本的に異なる。この違いは凝固界面の形状にも大きな違いを生じさせている。すなわち、図3-7に示した本鑄造法の凝固界面形状は中央部が鑄造方向に凸状に湾曲しているのに対し、OCC プロセスは鑄造方向と逆方向に凸形状になる凝固界面形状となっており^{51), 80)}、根本的に凝固の進行状態が異なることを示している。以上のことより、本鑄造法は特定条件下で鑄塊表面凝固部が鑄型下端より張り出して、安定的に無接触凝固が発生するまったく新しい鑄造法といえる。

3.4.3 各種鑄造因子の影響

これまで鑄造条件として鑄造速度のみを変化させ、鑄造温度、冷却水量、冷却水温および冷却水ピット水位などの他の鑄造因子を一定として実験を行ってきた。上記凝固モデルに示したごとく、本鑄造法では鑄型下端から鑄塊表面凝固部がはみ出るといった非常に微妙な現象が特徴である。この現象には当然鑄造速度以外の鑄造因子も影響するはずである。そこで、3.4.1項で述べた鑄塊径が凝固界面位置の決定に利用できることを利用して、各鑄造因子が鑄型壁面と鑄塊表面凝固部の接触位置、つまり凝固界面の挙動にどのように影響するかを調べた。方法は調べる因子を数水準設定し、鑄造速度以外の因子を固定して鑄造速度を変化させて鑄塊径を測定し、その鑄塊径の変化から鑄型内の凝固界面の挙動を推定した。

1) 鑄造温度の影響

図3-15に鑄造温度675, 700, 730℃における鑄造速度による鑄塊径の変化を示す。なお、図の右縦軸には式(1)から算出できる鑄型下端からの鑄型壁と鑄塊表面凝固部の接触位置を示す。図からわかるように、鑄造温度が高くなると鑄塊径が大きくなる、つまり凝固界面が下がり、鑄塊表面凝固部が鑄型下端から外れる鑄造速度が遅くなる。これは鑄型内の溶湯の熱容量が増えたために冷却水による冷却が遅れて凝固界面が下がるためと考えられる。故に、無接触状態の鑄造速度を上げるためには低温鑄造が望ましいと考える。

2) 冷却水量の影響

図3-16に冷却水量10, 15, 20, 25l/minにおける鑄造速度による鑄塊径の変化を示す。図からわかるように冷却水量が増えると鑄塊径が小さくなる、つまり凝固界面が上がる傾向にある。冷却水量の増加により冷却が強くなるためと考えられるが、上述の鑄造温度とは異なりその影響は小さい。

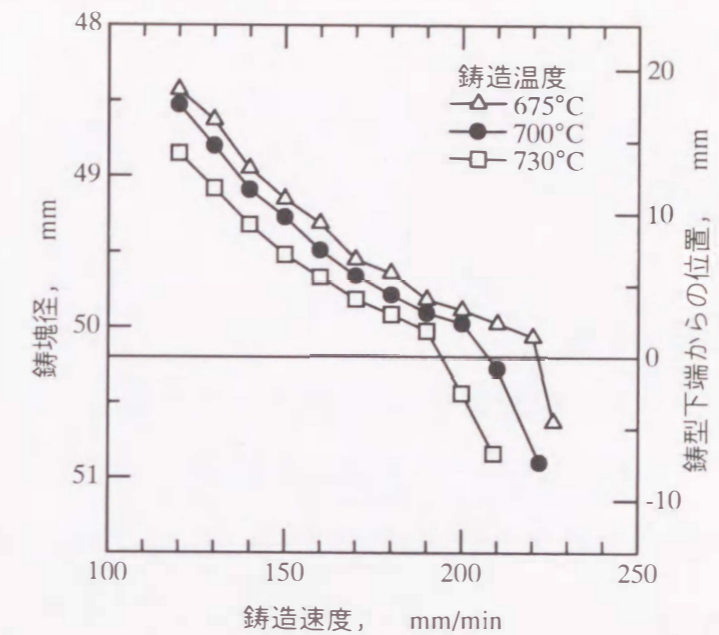


図 3-15 鑄造速度と鑄塊径、鑄塊表面接触位置の關係に及ぼす鑄造温度の影響

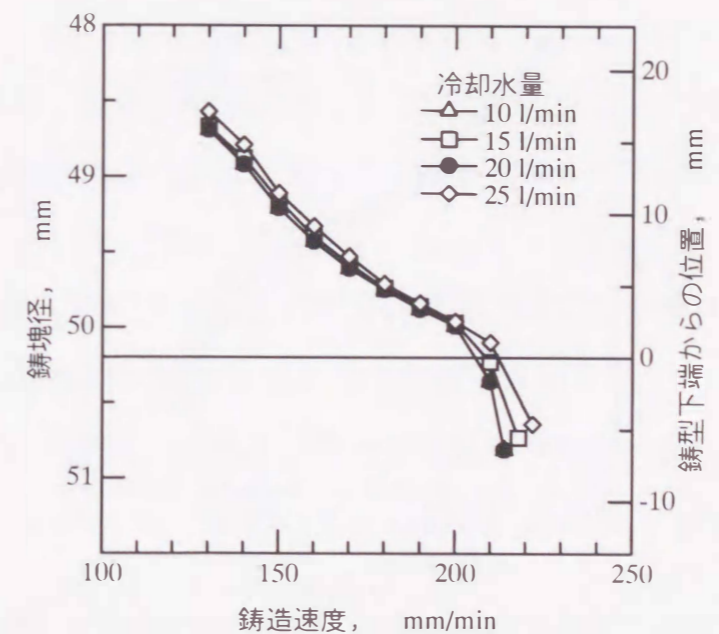


図 3-16 鑄造速度と鑄塊径、鑄塊表面接触位置の關係に及ぼす冷却水量の影響

3) 冷却水温の影響

図3-17に冷却水温8, 18, 32°Cにおける結果を示す。凝固界面が鑄型内にある時は水温の影響をほとんど受けていないことがわかる。鑄塊表面凝固部が鑄型下端に近づくと、冷却水温が低いほど下端から外れる鑄造速度が若干速くなる傾向が見られる。

4) 冷却ピット水位の影響

図3-18にピット水位の影響を示す。図からわかるように、ピット内の水位が鑄型下端より100, 300mm、さらには水を張らないドライにしても鑄塊径には差が認められずピット水位は全く影響していない。つまり、冷却は鑄型直下から噴出する冷却水によってのみ行われ、ピット内への鑄塊の水没による冷却は必要がないといえる。

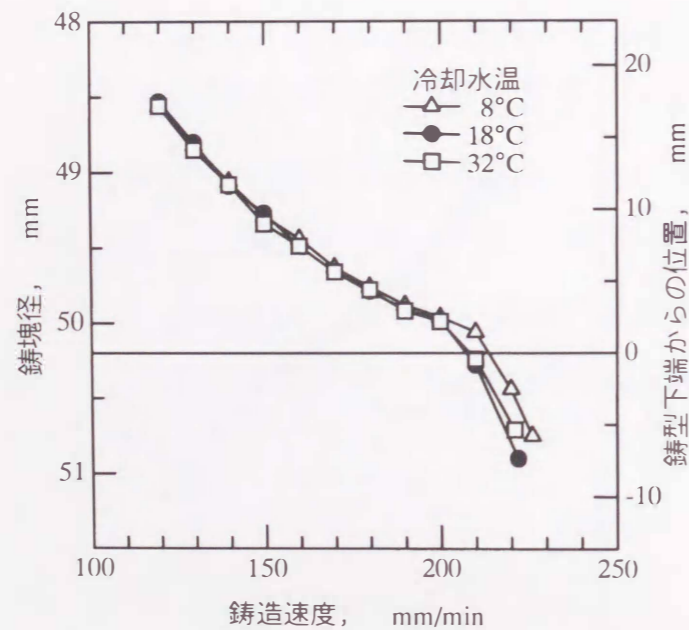


図3-17 鑄造速度と鑄塊径、鑄塊表面接触位置の關係に及ぼす冷却水温の影響

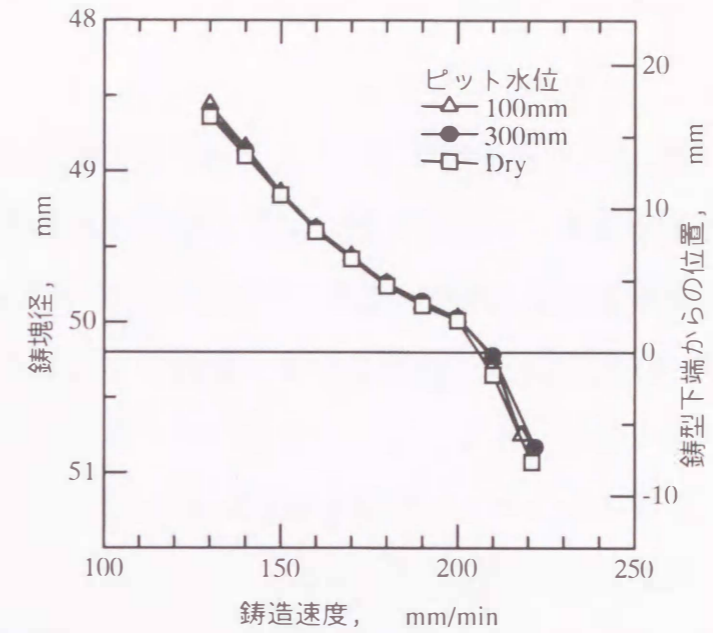


図3-18 鑄造速度と鑄塊径、鑄塊表面接触位置の關係に及ぼすピット水位の影響

以上、鑄造温度、冷却水量、冷却水温、ピット水位の影響を確認したが、大きく影響する因子は鑄造温度であり、冷却系の因子の影響は少ないことがわかった。冷却系因子の影響が少ない原因としては、実験を行った鑄塊径が50mmと小さいことから冷却水による鑄塊表面からの抜熱効率が今回の実験条件範囲で十分であると考えられ、凝固界面の位置的バランスには影響しないものと推測される。しかし、本鑄造法では鑄型冷却がないため、鑄型内の熱容量に直接影響する鑄造温度は凝固界面のバランスに大きく影響するものと考えられる。

この結果は、本鑄造法では鑄造速度と鑄造温度の制御が重要なポイントであることを示しているが、一方で鑄型冷却する従来の鑄造法と異なり、冷却を強化しても鑄造速度が上がらないという問題も示していることになる。これは、従来の鑄造法であれば鑄型冷却で凝固殻が形成されることから、鑄造速度を上げても凝固殻が鑄型から抜けぬ限り凝固界面の形状が深くなるだけで鑄造が可能であるが、本鑄造法では鑄型冷却がないために鑄型内で凝固殻が形成されず平坦なため、鑄造速度の上昇により凝固界面が鑄型より抜けやすいためと考えられる。

3. 5 結言

鑄型を断熱構造とした豎型半連続鑄造法について、99.9%アルミニウムを用いて鑄造実験を行い、鑄塊の表面状態や直径の変化および凝固界面の形状や鑄塊表面凝固部の位置を詳細に調べた結果、次のような特性と凝固状態がわかった。

- (1) 本鑄造法は鑄造速度が増加すると鑄塊表面が擦り傷のある状態、平滑な鏡面状態、凹凸の激しい状態と大きく変化するとともに、鑄塊径も大きく変化する特性がある。
- (2) 本鑄造法には次の3タイプの凝固状態があり、その凝固状態によって鑄塊の表面状態および直径が決まる。
 - a) 鑄造速度 210mm/min 未満の低速では、鑄塊表面凝固部が鑄型内にあり鑄型との接触によって鑄塊が形成される。この凝固状態では鑄型との接触により鑄塊表面に擦り傷が生成し、鑄型内壁がテーパ状になっているため、鑄塊表面凝固部の位置が変化すると鑄塊の直径も変化する。
 - b) 鑄造速度 210mm/min では鑄塊表面凝固部が鑄型下端よりはみ出し、溶湯の表面張力と静水圧のバランスが保たれた状態で鑄型と無接触で鑄塊が形成されるため鑄塊表面が平滑な鏡面状態になる。
 - c) 鑄造速度が 210mm/min を越えると鑄型下端からはみ出した溶湯の表面張力と静水圧のバランスが崩れてブレイクアウトし、冷却水ジャケットの内壁と接触して鑄塊が形成される。そのため、鑄塊は凹凸の激しい表面となり、かつ鑄塊径が冷却水ジャケット内径まで急激に大きくなる。

また、鑄造温度、冷却水量、冷却水温、ピット水位などの鑄造因子を変化させた実験を行い、凝固界面の挙動への影響を調べた結果、次のことがわかった。

- (3) 鑄造温度の影響が大きく、鑄造温度が低くなると凝固界面が上昇し、高くなると降下する。故に、鑄造温度を低くすることにより無接触鑄造に

なる鑄造速度を速くすることができる。

- (4) 冷却水量、水温、ピット水位の冷却系の因子の影響は小さい。

本研究では固液共存領域がほとんどない99.9%アルミニウムを用いて、特定条件下で鑄塊表面凝固部が鑄型下端からはみ出すことを証明したが、固液共存領域が広い各種合金においても鑄型下端における溶湯の張り出しのバランスが保てる条件さえ得られれば適応可能であると考えており、本鑄造法は今後の応用が期待される新しい鑄造法であるといえる。

第4章 6061アルミニウム合金連続鋳造鋳塊の DASと結晶粒径に及ぼす 鋳造速度と微細化剤の影響

4.1 緒言

加工用素材である連続鋳造鋳塊は、その鋳造組織や内部品質が加工性や製品品質に影響することが知られている。その主な因子としては、結晶粒径、DAS、結晶形態、偏析、溶質元素の固溶量、第2相粒子や介在物の量や大きさと分布、および欠陥等が上げられる。その中でも特に結晶粒径とDASについては組織の均一性という品質上の問題から一番関心の深い因子である。一般的に工業用鋳塊では柱状晶、羽毛状晶、浮遊晶や縦の木組織などは異常組織として嫌われ、微細化剤の添加によって粒状晶（等軸晶）組織にコントロールされている^{(60), (81), (82)}。しかし、工業的操業現場では組織コントロールというよりは、鋳塊割れや異常組織発生防止という面で微細化剤添加による粒状晶組織化を行っているに過ぎないきらいがある。特に、圧延用スラブなどは近年大型化が進み、全体の結晶粒径やDASなどは物理的に自由にコントロールすることは事実上不可能になっており、その典型的な例といえる。しかし、ビレットと称される押出や鍛造用の比較的小型の鋳塊では、押出、鍛造製品の要求品質が厳しくなるにつれて、鋳塊側の品質、特に組織の微細化や均一化が強く望まれている。そのための鋳塊組織のコントロール技術は各鋳造法に合ったものが検討されているものの、内容的には現場的ノウハウが多く、系統だった研究は少ないのが実態である。

このような現状を踏まえ、本章では、本研究で考案した断熱鋳型方式による堅型半連続鋳造法^{(53), (55)}で得られる鋳塊の組織、特に加工性に重要な因子とされている結晶粒径とDASに注目し、構造材や機械部品などに多用されている中強度展伸用合金である6061アルミニウム合金を用いて、これら両組織因子に最も影響を及ぼすと考えられる鋳造速度と微細化剤との関係を調べた。その結果を基

に、両因子を単独にコントロールする方法を検討したので以下に述べる。

4.2 実験方法

実験には表4-1に示す成分の6061アルミニウム合金をベース材として用いた。鋳造は前章で述べた断熱鋳型方式の小型鋳造実験装置で行い、直径約50mmの鋳塊を作製した。鋳造手順は、先ず予熱した溶湯保持タンディッシュに予め電気溶解炉で溶解した8kgのベース材の溶湯を供給し、微細化剤としてAl-5%Ti-1%B合金を0.1~10g/kg-Alの範囲で添加して温度調整を行った。溶湯が目標温度に達した後、ダムを開放して鋳造タンディッシュに溶湯を供給すると同時に鋳型内に溶湯を流し込み、10s間保持して凝固殻を形成させボトムブロックを降下した。鋳造温度は鋳型直上約5mmに熱電対を設置して溶湯温度を測定し、LPGトーチバーナにてコントロールした。鋳造条件は鋳造温度を700℃、冷却水量を20l/min、冷却水温18℃一定とし、鋳造速度を60~300mm/minの範囲で変化させた。また、冷却速度とDASの関係を求めるため、鋳塊中心部に鋳造速度と同期した速度で熱電対を挿入して冷却曲線を記録し、大部分の α 相の凝固が終了した直後に現れる冷却曲線の傾きが直線になった部分から冷却速度を求めた⁽⁶²⁾。

組織の定量化は結晶粒径とDASについて行い、得られた鋳塊の半径1/2の位置から組織観察用試料を切り出し、バーカー氏液にて陽極酸化処理を行って、光顕にて写真撮影を行った後、結晶粒径は求積法で、DASは2次枝法⁽⁶¹⁾で測定した。また、微細化剤の添加量との関係については、発光分光分析で得たチタン量で整理した。

表4-1 試料の化学成分
6061アルミニウム合金 (mass%)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
0.73	0.18	0.26	0.00	1.02	0.11	0.01	0.005	Bal.

4.3 実験結果

4.3.1 鋳造速度による結晶粒径およびDASの変化

本実験での鋳塊は微細化剤を添加していることから図4-1に示すようにマクロ組織は微細で均一な粒状晶組織を呈している。今回行った鋳造条件範囲では鋳造速度によってマクロ組織に大きな変化は現れなかったが、ミクロ組織的には次に示すような変化が認められた。

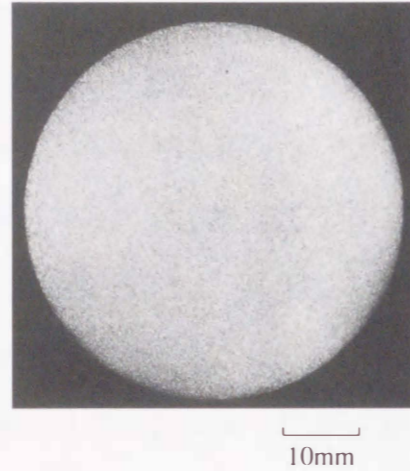


図 4-1 6061 アルミニウム合金
鋳塊のマクロ組織

鋳造温度 : 700°C
鋳造速度 : 170mm/min
冷却水量 : 20l/min
チタン量 : 0.010mass%

図4-2はチタン量を0.010mass%一定とし、鋳造速度を60～300mm/minの間で変化させた場合の鋳造速度と結晶粒径の関係である。結晶粒径は

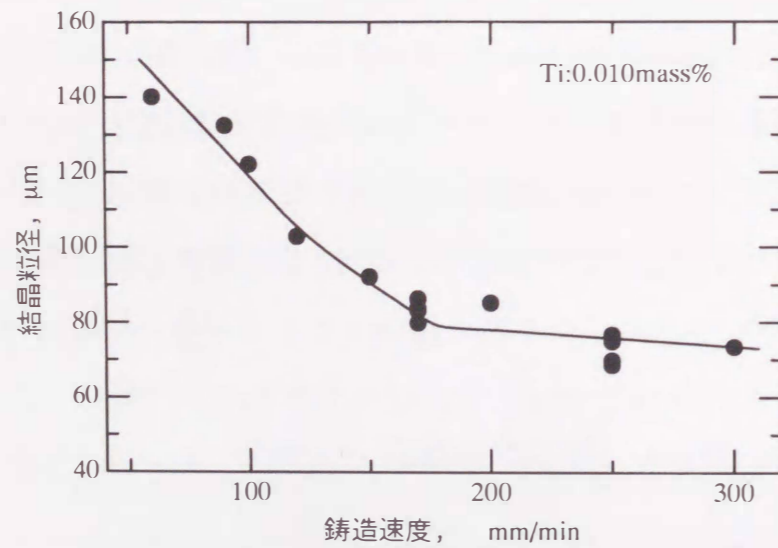


図 4-2 鋳造速度と結晶粒径の関係
(チタン量0.010%一定)

鋳造速度の増加とともに最初は約140μmから約80μmへとほぼ直線的に小さくなるが、鋳造速度が約170mm/minを超えると約70～80μm程度ではほぼ一定となることがわかった。

図4-3は図4-2と同条件のときの鋳造速度とDASの関係である。DASは鋳造速度の増加とともに約25μmから約9μmへと減少している。

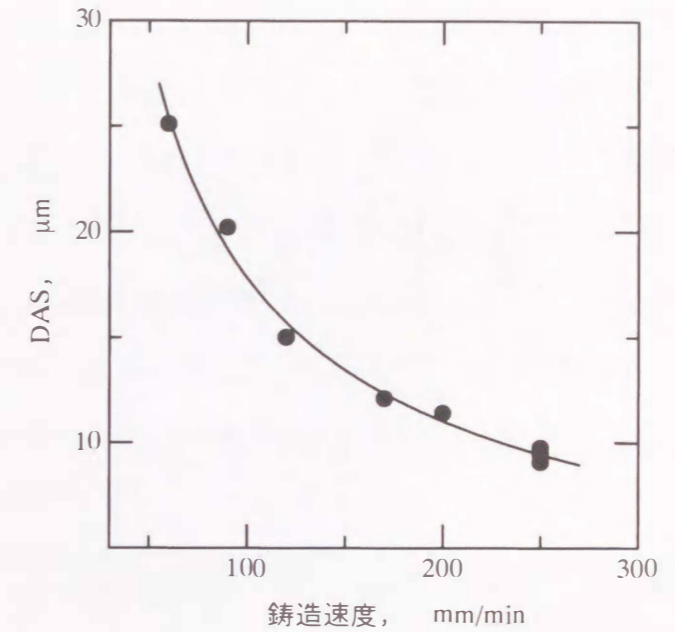


図 4-3 鋳造速度とDASの関係

以上のように、鋳造速度が変化すると結晶粒径とDASは独自に変化することがわかった。

4.3.2 微細化剤添加による結晶粒径およびDASの変化

図4-4は鋳造速度を170mm/min一定とし、チタン量を0.006～0.039mass%と変化したときの鋳造速度と結晶粒径の関係である。結晶粒径は鋳造速度の影響と同様にチタン量の増加とともに最初は約110μmから約60μmへとほぼ直線的に小さくなるが、チタン量が約0.015mass%を超えると約60μm程度ではほぼ一定値となっている。

一方、同条件でのDASとチタン量の関係は図4-5のようになった。図に示すごとくDASはチタン量に全く影響を受けず約12μm一定となっている。

以上のように微細化剤は結晶粒径にのみ影響するが、DASには全く影響しないことがわかった。

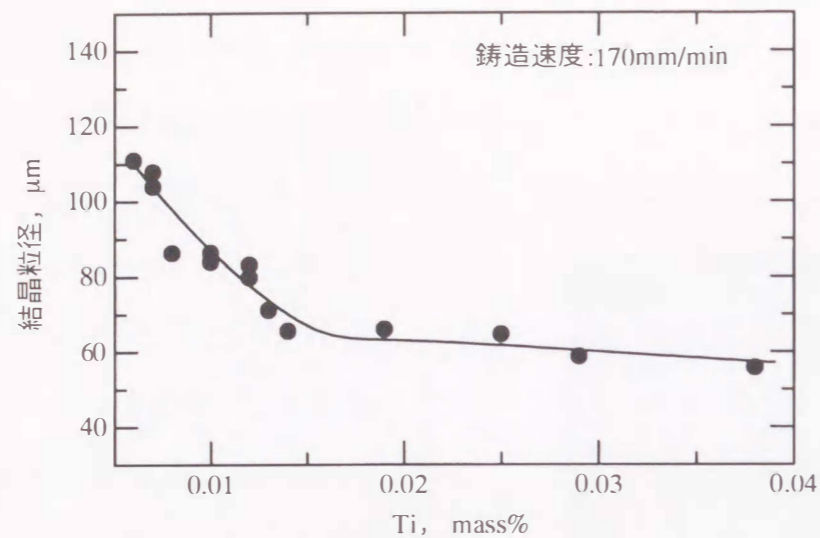


図 4-4 チタン量と結晶粒径の関係
(铸造速度170mm/min一定)

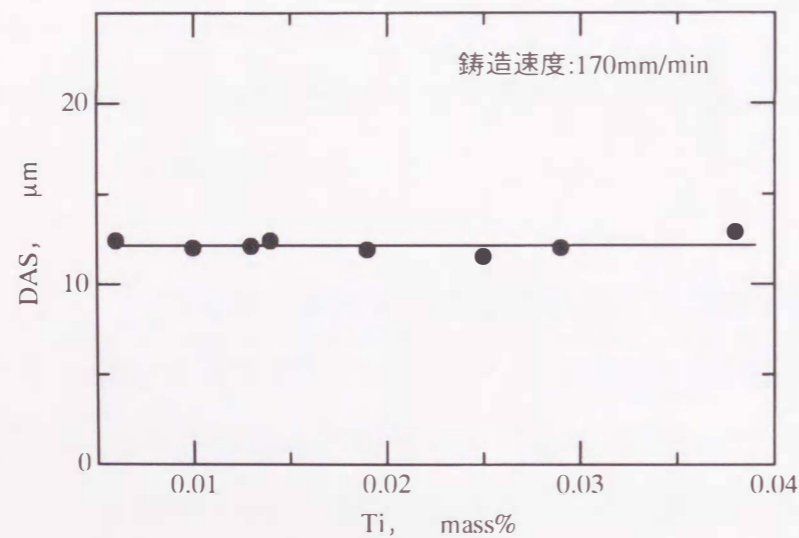


図 4-5 チタン量とDASの関係
(铸造速度170mm/min一定)

4. 4 考察

4.4.1 結晶粒径およびDASに及ぼす铸造速度の影響

図4-1に示したように本実験での铸塊は粒状晶組織を呈しているが、铸塊が粒状晶組織になるのは微細化剤を添加していることから微細化剤中のTiAl₃やTiB

が異質核となり等軸晶が生成するからである。しかし、今回の実験によって図4-2に示したように結晶粒の微細化には微細化剤だけではなく铸造速度の影響も大きいことが明確にわかった。この铸造速度の増加とともに結晶が微細化する現象は、铸造速度の増加に伴って冷却速度が上昇し、凝固界面前方の溶液の组成的過冷が大きくなることで結晶核の数の増大、あるいは結晶の微細化につながっているものと考えられる⁸³⁾。しかし、铸造速度約170mm/min以上で見られた微細化の飽和現象に関しては、冷却速度と結晶の核生成およびその成長の間に何らかの関係があると考えられるものの現在のところ説明しうる理論は見あたらず不明な点である。

一方、DASは図4-3に示したように铸造速度の増加とともに減少しているが、第2章でも述べたごとく、一般的にDASは凝固時の冷却速度と次式の関係が成り立つといわれている^{66), 67)}。

$$d = A C^{-1/3} \quad \text{--- (1)}$$

d : DAS (μm)

C : 冷却速度 (°C/s)

A : 定数

铸造速度を変化させて冷却速度を測定すると図4-6に示すような関係が得られる。ここで、図4-3と図4-6のデータを式(1)に従ってDASと冷却速度の関係に両対数ゲ

ラフで整理し直すと図4-7のようになる。DASと冷却速度の関係に関しては、第2章でも述べたごとく、本铸造法の特徴として高冷却速度領域と低冷却速度領域において傾きが異なるという現象がこの6061合金においても確認され、以下のような関係式が得られている。

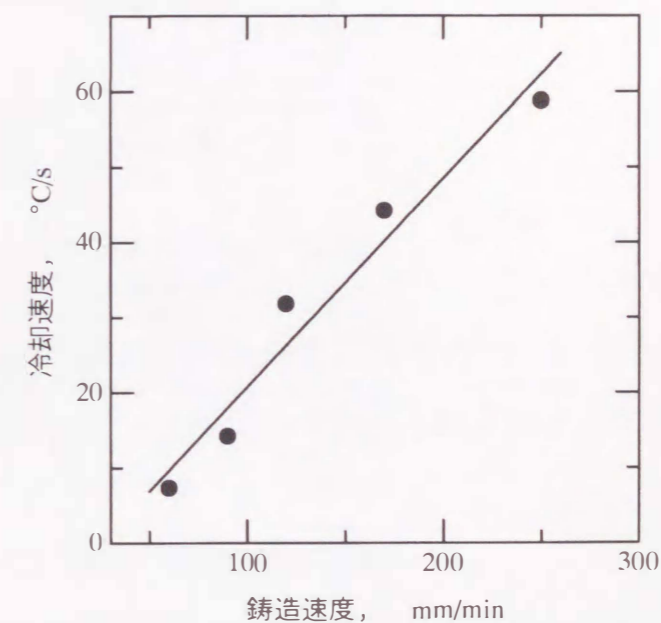


図 4-6 铸造速度与冷却速度の関係

全データ： $d = 66.6 C^{-0.46}$ ---- (2)

低冷却速度側： $d = 50.7 C^{-0.35}$ ---- (3)

高冷却速度側： $d = 266.5 C^{-0.83}$ ---- (4)

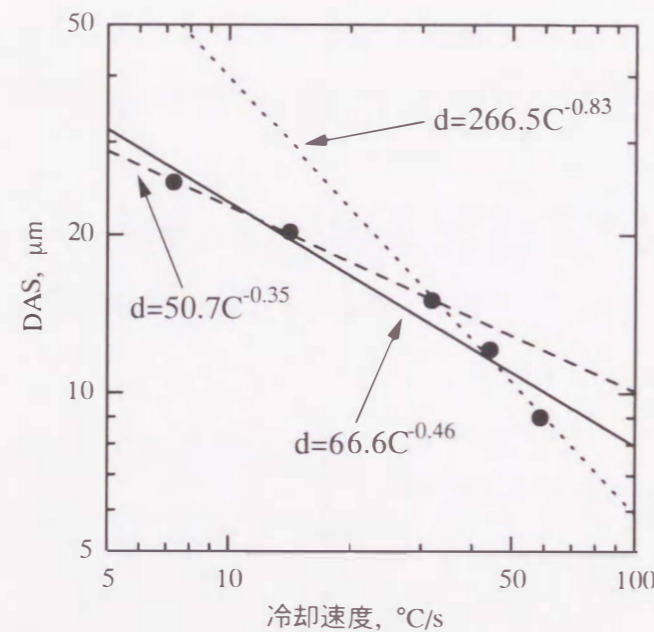


図 4-7 6061アルミニウム合金での冷却速度とDASの関係
 実線：全データ関係線
 破線：低冷却速度側関係線
 点線：高冷却速度側関係線

しかし、上記のような DAS と冷却速度の関係式の形式では、各铸造速度における冷却速度を把握しておかなければこの関係式を組織コントロールに利用しにくい。むしろ DAS と铸造速度の間関係式を明確にしておく方が利用しやすい。铸造速度と冷却速度は図 4-6 に示したように、ほぼ一次の相関関係にある。そこで各铸造速度における DAS の測定データを铸造速度と DAS の関係として両対数グラフに整理すると図 4-8 が得られ、次のような概算式が成り立った。

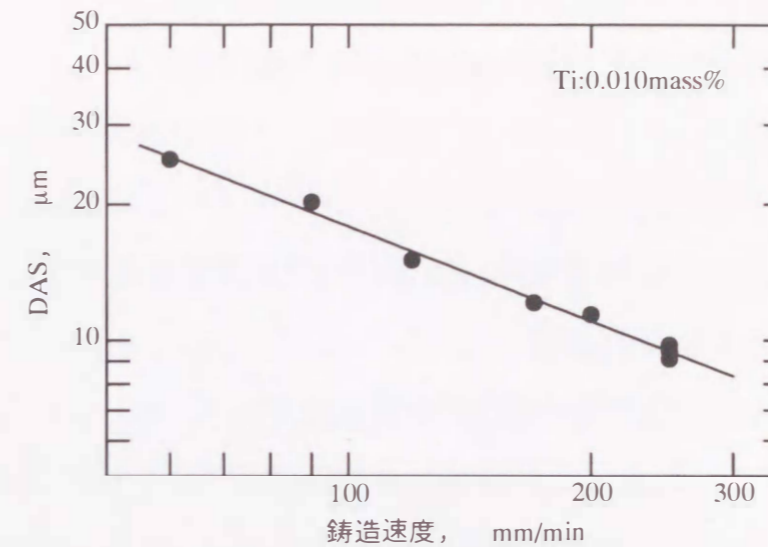


図 4-8 铸造速度とDASの関係
 (チタン量0.010mass%一定)

$d = 436.0 R^{-0.69}$ ---- (5)

d : DAS (μm)

R : 铸造速度 (mm/min)

DAS は微細化剤の添加量には影響を受けないことから、この式 (5) は本铸造法における 6061 アルミニウム合金固有の DAS と铸造速度の概算式といえ、铸造速度をコントロールすることでこの式により任意の DAS が得られることになる。

4.4.2 結晶粒径および DAS に及ぼす微細化剤添加量の影響

図 4-4 に示したごとく、結晶粒径は铸造速度の影響と同様にチタン量の増加とともに最初はほぼ直線的に小さくなり、その後、微細化が飽和していることがわかった。この微細化剤添加による結晶粒径の挙動は従来から数多く報告されているが、そのメカニズムに関する明確な説明はいまだ見あたらない。本実験で用いた Al-Ti-B 合金添加による微細化は、そのメカニズムに関して以下に示す多くの説がありまだ定まってはいないのが実態である。

- 1) 溶湯中に存在する TiB_2 が異質核生成剤となる⁸⁴⁾。
- 2) Ti と B が明瞭に区別できない物質により核生成する⁸⁵⁾。
- 3) B の存在によって $TiAl_3$ のアルミニウム中への溶解が遅れて未溶解のまま核生成剤の役割をする⁸⁶⁾。
- 4) B の存在により Al-Ti の包晶反応線が Ti の低濃度側に移動して包晶反応が起こりやすくなる⁸⁷⁾。
- 5) 組成的過冷による溶湯中での異質核生成⁸⁸⁾。

基本的には、いずれの説も溶湯内に何らかの核生成物質が存在して、凝固時に粒状晶の核生成の役割を果たすということを示している。最近、ヨーロッパを中心に盛んに微細化に関する研究がなされており、その中で現在最も有力な説は、微細な未溶解 TiB_2 がきっかけとなりその周辺に包晶反応によって $TiAl_3$ が包み込み、それを核として α -Al が晶出して結晶へと成長するというものである^{89), 90), 91), 92), 93)}。いずれにしても核生成物質の量、数が増えれば微細化が進行するものと考えられるが、実際には今回の結果のようにある程度の微細化が進んだ後は飽和している。この点に関しては現在も研究がなされており^{94), 95)}、現時点では原因がわかっていない。

一方、DAS とチタン量の関係は図 4-5 に示したごとく DAS はチタン量に全く影響を受けず一定となっている。DAS については第 2 章でも述べたが、溶液中の溶質濃度、拡散係数、平衡分配係数や固液界面エネルギー、凝固時間などの因子によって決まるとされ⁷⁹⁾、これらの因子には核生成数にからむものはなく、合金の種類つまり溶質の種類と濃度および冷却速度により DAS が決定することになる。この結果は実験的にも確認されており、結晶の微細化とは関係がないと一般的に扱われている。ただし、溶質濃度という点において本実験で添加しているチタンが関係ありそうだが、溶質濃度に関する他の実験結果を見ても、本実験におけるチタン量は 0.02% 前後と非常に微量なので DAS に影響するレベルのものでないと考える。

4.4.3 結晶粒径および DAS の分離コントロール方法

以上の実験結果より、铸造速度は結晶粒径と DAS の両因子に影響し、微細化剤は結晶粒径にのみ影響することが判明した。このことは、铸造速度と微細化剤の添加量を組み合わせることにより、任意の結晶粒径と DAS を分離してコントロールできることを示唆している。ただし、DAS が铸造速度のみに依存することから、任意の結晶粒径と DAS を得るためには、DAS によって铸造速度が決まるため、その速度による結晶粒径を加味した微細化剤の添加量を決める必要がある。しかし、微細化剤によって結晶粒を大きくはできないため、必然的に各铸造速度での微細化剤無添加時の最大結晶粒径以下に可能範囲が決まってしまうことになる。図 4-9 に前述図 4-4 に示した铸造速度 170mm/min での微細化剤による結晶粒径の変化に 60, 250mm/min での測定データを加えたものを示すが、任意の結晶粒径を得るには、基本的にこの図より微細化剤の添加量を読み取ることになる。

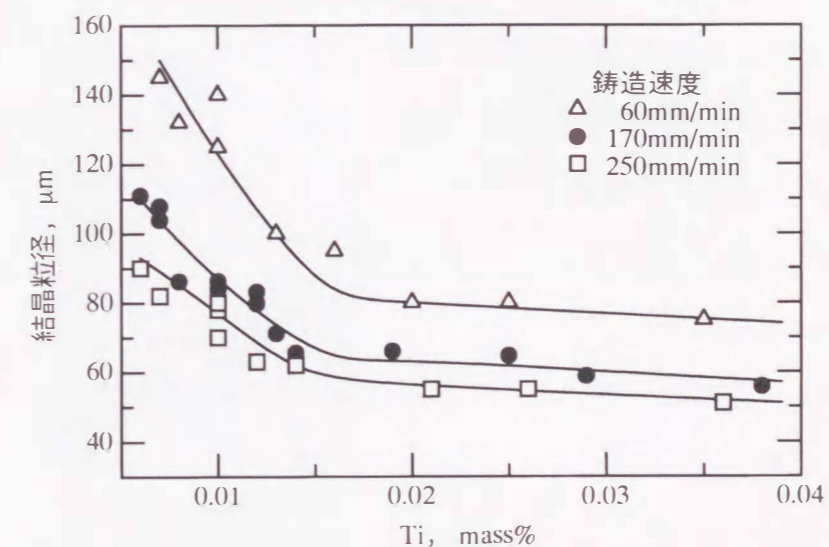


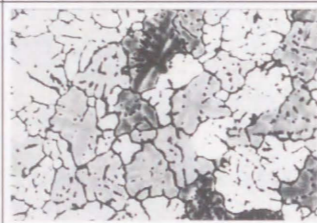


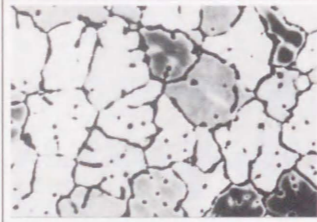
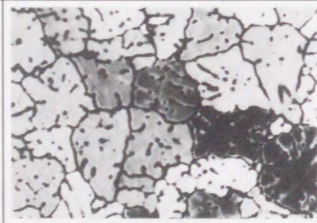

図 4-9 各铸造速度におけるチタン量と結晶粒径の関係

この方法を利用して、組織コントロールした一例を図4-10, 11に示す。図4-10は、DASを $12\mu\text{m}$ 一定として、結晶粒径を60, 80, $110\mu\text{m}$ と変化させた鑄塊の組織である。コントロール方法は鑄造速度を $170\text{mm}/\text{min}$ としてDASを $12\mu\text{m}$ とし、図4-9から読み取ったチタン量0.025, 0.012, 0.006mass%を添加して得た。図4-11は結晶粒径を $80\mu\text{m}$ 一定として、DASを9, 15, $25\mu\text{m}$ と変化させた鑄塊の組織である。このコントロール方法は鑄造速度を250, 120, $60\text{mm}/\text{min}$ と変化させて所定のDASとし、各鑄造速度における結晶粒径が $80\mu\text{m}$ になるチタン量を読み取り、0.010, 0.020, 0.026mass%を添加して得たものである。このように、特定の限られた範囲ではあるが結晶粒径とDASを分離して単独にコントロールし、任意の組織を得ることが可能となった。

結晶粒径	DAS $12\mu\text{m}$	鑄造速度	Ti量
$110\mu\text{m}$		170 mm/min	0.006 mass%
$80\mu\text{m}$			0.012 mass%
$60\mu\text{m}$			0.025 mass%

50 μm

図4-10 DAS $12\mu\text{m}$ 一定で結晶粒径を変化させた鑄塊組織

DAS	結晶粒径 $80\mu\text{m}$	鑄造速度	Ti量
$25\mu\text{m}$		60 mm/min	0.026 mass%
$15\mu\text{m}$		120 mm/min	0.020 mass%
$9\mu\text{m}$		250 mm/min	0.010 mass%

50 μm

図4-11 結晶粒径 $80\mu\text{m}$ 一定でDASを変化させた鑄塊組織

4.5 結言

断熱鑄型方式による豎型半連続鑄造法で6061アルミニウム合金を鑄造し、鑄造速度および微細化剤の添加量を変化させて結晶粒径とDASに及ぼす影響を調べた結果、次のことが明らかとなった。

- (1) 結晶粒径は鑄造速度が速くかつ微細化剤の添加量が多いほど細くなるが、鑄造速度およびチタン量がある領域に達するとそれ以上微細化しなくなる。
- (2) DASは微細化剤の添加量には影響されず、次式に従って鑄造速度が速くなると細くなる。

$$d \approx 436.0 R^{-0.69}$$

d : DAS (μm)

R : 鑄造速度 (mm/min)

- (3) 結晶粒径に及ぼす鑄造速度と微細化剤添加量の影響、およびDASに及ぼす鑄造速度の影響を明らかにすることにより、鑄造速度と微細化剤添加量を適切に調節することで、限られた範囲ではあるが結晶粒径とDASを分離して単独に制御し、任意の組織を持つ鑄塊を得ることが可能となった。

第5章 6061アルミニウム合金連続鋳造鋳塊の引張特性に及ぼす結晶粒径とDASの影響

5.1 緒言

展伸用合金は圧延、押出、鍛造などの加工を経て製品化されるが、素材の加工性の良否が製品の品質やコストの重要なポイントになる。アルミニウム合金の展伸用材料は連続鋳造法により製造されることが多く、その鋳塊組織が加工性や機械的性質に影響することが知られている。影響する主な因子としては、結晶粒径、DAS、結晶形態、偏析、溶質元素の固溶量、第2相粒子や介在物の量や大きさと分布および欠陥等が上げられるが、特に結晶粒径とDASの影響についての研究が盛んであり、結晶粒径はHall-Petchの関係に従って0.2%耐力に影響し、DASは主に伸びに影響すると報告されている^{63), 64), 65)}。しかし、凝固時における結晶粒径とDASはそれぞれ独自の挙動を示すことから一方を変化させるともう一方も変化してしまい、それぞれを単独の因子として機械的性質への影響を調べることができていないという問題があった。従って、従来の研究では一方の因子の影響を考慮していないか、あるいは推測して評価するかにとどまっている。

そこで、本研究では前章で述べた結晶粒径とDASを単独にコントロールする方法を利用し、一般的な展伸用合金である6061アルミニウム合金を用いて結晶粒径とDASを分離して組織コントロールした鋳塊を作製し、両因子の加工性に及ぼす影響を調査した。加工性の評価方法としては引張試験、圧縮試験、ねじり試験等があるが、従来の研究では実際の加工に近いひずみ速度が得られるねじり試験を用いることが多い。しかし、ねじり試験は変形抵抗などの数値評価には使えるものの、その変形挙動が複雑なことから組織的な解析には向かない欠点を持っている。一方、引張試験は変形挙動が単純でかつ組織的な解析も容易であるが、実際の加工に比べひずみ速度が数桁小さいという面から加工性の評価方法と

しては一般的に利用されていない。しかし、本研究では冷間において引張特性にひずみ速度依存性がないという点に着目し、冷間加工の加工性評価方法として引張試験は利用できると判断して、冷間の引張特性に及ぼす結晶粒径とDASの影響について調べた。以下にその結果を述べるとともに、本鋳造法で得られる鋳塊が冷間加工において優れた特性を持つことを示す。

5.2 実験方法

本研究では、断熱鋳型方式の堅型半連続鋳造装置^{53), 55)}を用いて、鋳造速度と結晶微細化剤の添加量を制御する方法で結晶粒径とDASを単独にコントロールした鋳塊を作製し、引張試験を行った。鋳造には前章で用いたものと同じ6061アルミニウム合金をベース材として用い、電気炉で溶解した10kgのベース材にアルゴンガスを1l/minで約30~40min吹き込んで脱ガス処理を行った後、微細化剤としてAl-5%Ti-1%B合金を0.1~10g/kg-Alの範囲で添加して直径約50mmの鋳塊に鋳造した。鋳造条件は鋳造温度を700℃、冷却水量を20l/min、冷却水温を18℃一定とし、鋳造速度を60~300mm/minの範囲で変化させた。鋳塊の結晶粒径は求積法で、DASは2次枝法⁶¹⁾で測定して確認した。得られた鋳塊の組織は前章の図4-10と図4-11に示した組織と同じであり、結晶粒径が80 μ m一定でDASが9, 15, 25 μ mと異なるもの、およびDASが12 μ m一定で結晶粒径が60, 80, 110 μ mと異なる鋳塊である。

得られた鋳塊には図5-1に示すような本合金の一般的な処理条件である550℃で均熱時間6hの均質化処理を行った。均熱温度までの昇温時間

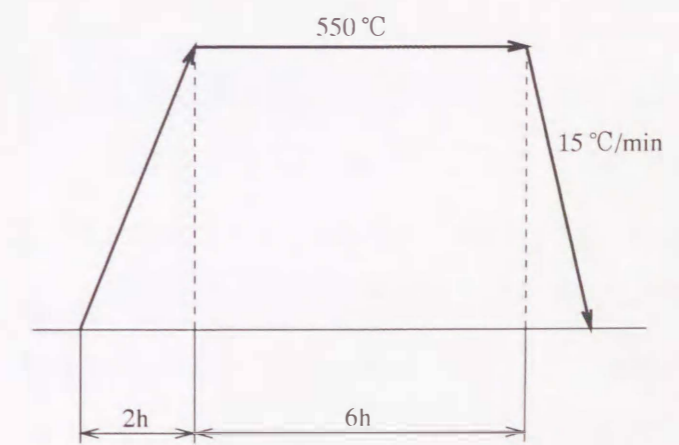


図 5-1 均質化処理条件

は2h、冷却速度は15°C/minで行った。均質化処理前後の铸塊は0.5%HFにてエッチングしてミクロ組織を顕微鏡観察し、均質化処理による組織変化を確認するとともに、EPMAで組織および偏析状態の変化を確認した。次に均質化処理を行った铸塊から図5-2に示す

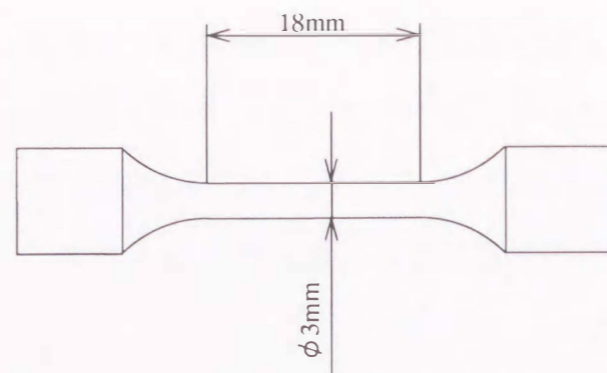


図 5-2 引張試験片形状

平行部直径3mm、平行部長さ18mmの小型試験片を铸造方向に平行に削り出し、インストロン型引張試験機で引張試験を行った。なお、試験片のサンプリング方法に関しては予め铸造方向に平行、直角、および横断面内の位置の引張特性に及ぼす影響を確認し、方向、位置を変えても引張特性に差がないことを確認した。但し、念のため表皮下5mmまでの部分が試験片の平行部に入らないようにした。引張試験は20°Cの室温にて初期ひずみ速度 9.3×10^{-4} /sの条件で行った。また、引張試験後に試験片の破断面をEDS分析装置付き走査電子顕微鏡 (SEM) で観察および分析を行って破壊形態の詳細を調べた。

5.3 実験結果

5.3.1 均質化処理における結晶粒径やDASによる組織の変化

図5-3にDASが12 μ m一定で結晶粒径が60, 110 μ m、および結晶粒径が80 μ m一定でDASが9, 25 μ mのAs-cast材と均質化材のミクロ組織を示す。前者のDASが一定で結晶粒径が異なる場合は、どちらの試料でもAs-cast材では結晶粒界やデンドライトアーム間に晶出物のネットワークが存在しているが、均質化材では晶出物が分断、球状化して結晶粒界やデンドライトアームが不明瞭となっており、結晶粒径の差によって晶出物など第2相粒子の分布状態に大きな差は認められない。これに対して、後者の結晶粒径が一定でDASが異なる場合におい

結晶粒径	DAS	As cast	均質化処理 (550°C×6h)
110 μ m	12 μ m		
80 μ m	25 μ m		
	9 μ m		

図 5-3 結晶粒径、DASが異なる铸塊のAs cast材と均質化処理材のミクロ組織

てはDASによる組織の差が明瞭に現れている。As-cast材ではDAS25 μm 材は結晶粒界やデンドライトアームに沿って長く大きな晶出物のネットワークが存在しているが、DAS9 μm 材は細かなネットワークになっている。また、均質化材では、DAS25 μm 材の粒界に晶出物のネットワークが残存しているが、DAS9 μm 材は小さな球状粒子が均一に分布し、As-cast材に見られた結晶粒界やデンドライトアームが不明瞭になっている。このように結晶粒径よりDASの方が晶出物の分布状態や均質化処理による形態の変化に大きな影響を及ぼしていることがわかる。これら均質化処理において分布や形態が変化する晶出物がどのような化合物かを確認するため、**図5-3**に示したDASが異なる組織についてEPMAにて面分析を行った。**図5-4**にDAS25 μm 材のAs-cast材と均質化材の主要元素であるアルミニウム、マグネシウム、ケイ素、銅と鉄の元素マッピングを示す。**図5-5**にはDAS9 μm 材の元素マッピングを示す。いずれもAs-cast材では粒界やデンドライトアーム間に存在する晶出物からは鉄とケイ素が対応した相やマグネシウムとケイ素が対応した相が認められ、前者はAl-Fe-Si相で後者はMg₂Si相と思われる。また、粒界やデンドライトアームに沿って銅の存在が認められるが、明らかな晶出物の形に見えないことから粒界偏析の状態で存在しているものと考えられる。一方、均質化材ではAs-cast材と同様にAl-Fe-Si相やMg₂Si相が認められるが、その形状が大きく変化している。すなわち、針状、棒状のAl-Fe-Si相は分断、球状化し、Mg₂Si相は球状に粗大化して粒界や粒内に分布している。大きなMg₂Si相は、均質化処理後の冷却が15°C/minと遅いため溶体化状態とはならず、冷却過程で粗大に成長したものと推定される。また、As-cast材で見られた粒界への銅の偏析は均質化処理によって解消されていることがわかる。

以上のように、今回の結晶粒径とDASの範囲では、結晶粒径の差よりDASの差が晶出物の大きさおよび分散状態に大きな影響を及ぼし、DASが小さいものほどAs-castで既に小さく存在し、均質化処理によってさらに細かく均一に分散することが観察された。

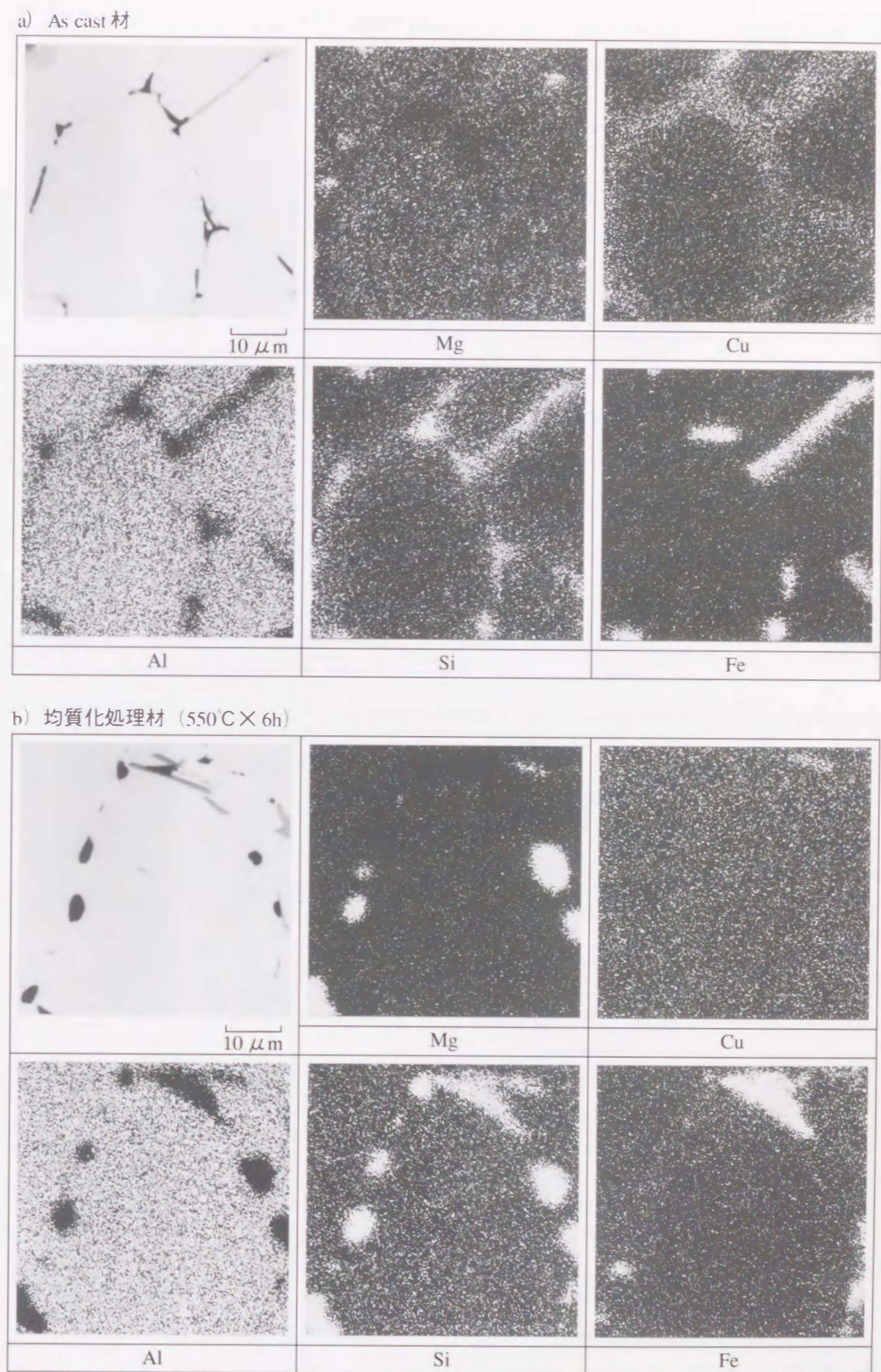
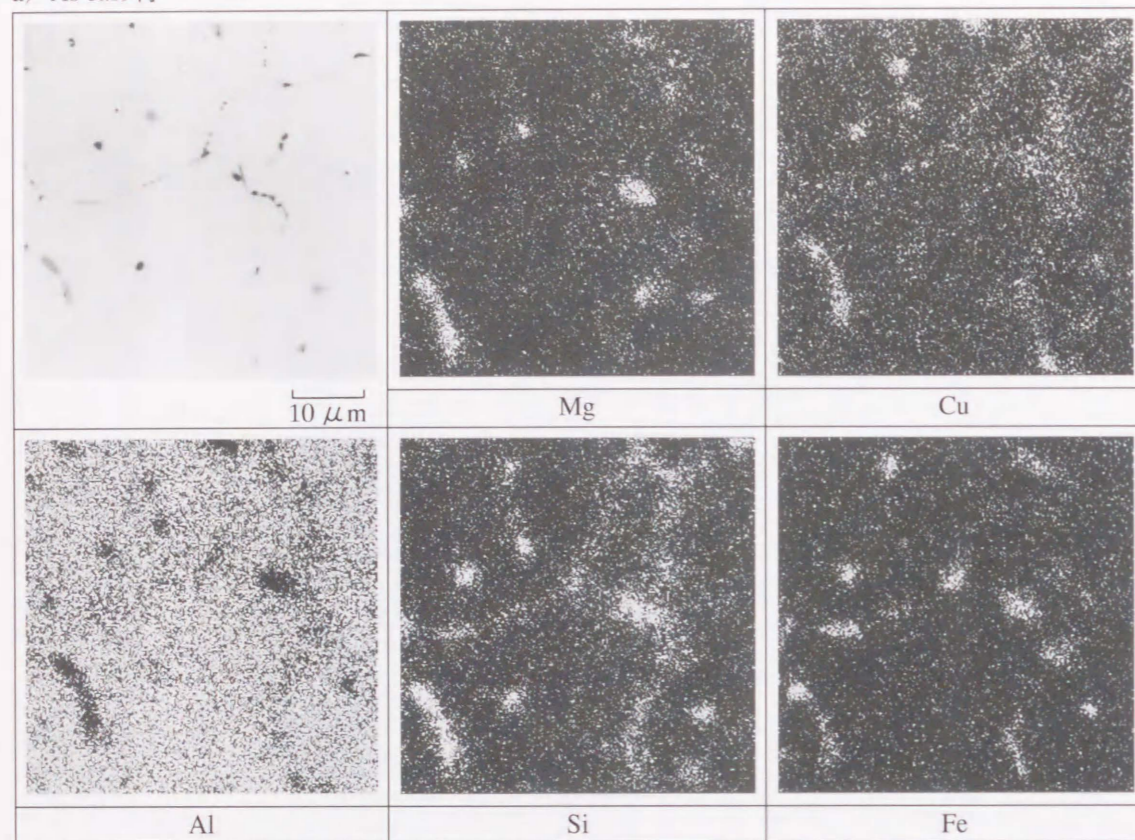


図 5-4 結晶粒径 80 μm 、DAS 25 μm のAs cast 材と均質化処理材のEPMA面分析結果

a) As cast 材



b) 均質化処理材 (550°C×6h)

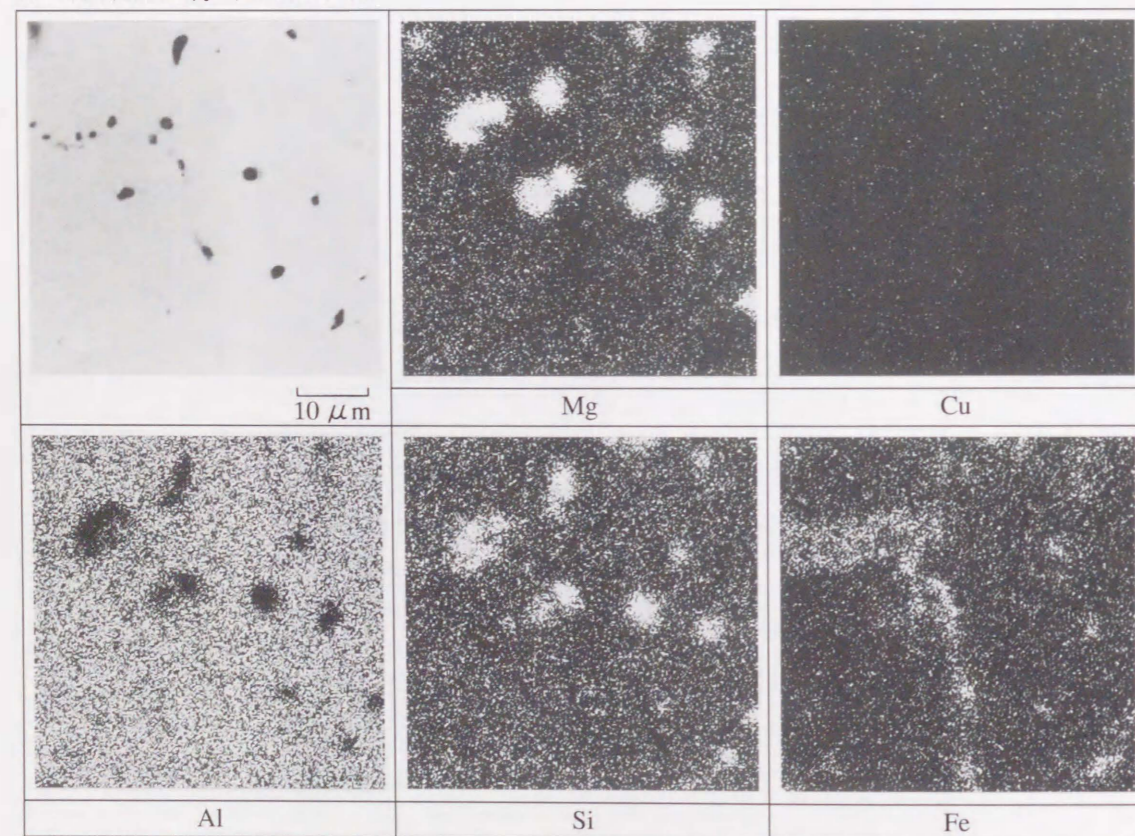


図 5-5 結晶粒径 80 μm, DAS 9 μm の As cast 材と均質化処理材の EPMA 面分析結果

5.3.2 結晶粒径による引張特性の変化

以上のような DAS 12 μm 一定で結晶粒径が 60, 80 および 110 μm と異なる組織を持つ鋳塊の均質化材の引張試験を行い、結晶粒径による引張特性の変化を確認した。その公称応力-公称ひずみ線図を図 5-6 に示す。引張初期の応力の立ち上がりや最大応力値に若干の差は認められるものの、基本的には結晶粒径の違いによる大きな差は認められない。この公称応力-公称ひずみ線図から読み取った 0.2% 耐力、引張強さ、均一伸び、破断伸びと結晶粒径の関係を図 5-7 に示す(均一伸びとは最大引張応力までの伸びを示し、破断伸びとは破断までの全伸びを示す)。図に示すごとく、結晶粒径が小さくなると引張強さ、0.2% 耐力、伸びとも若干高くなる傾向が見られるが、結晶粒径の影響は小さいといえる。

一方、引張試験後の破断部の断面減少率、いわゆる絞りを測定し結晶粒径との関係を調べた結果を図 5-8 に示す。図 5-6 の公称応力-公称ひずみ線図や図 5-7 の結晶粒径と伸びの関係から予想できるように、絞りは結晶粒径が小さくなると若干大きくなる傾向を示しているものの、絞りに及ぼす結晶粒径の影響は小さいといえる。

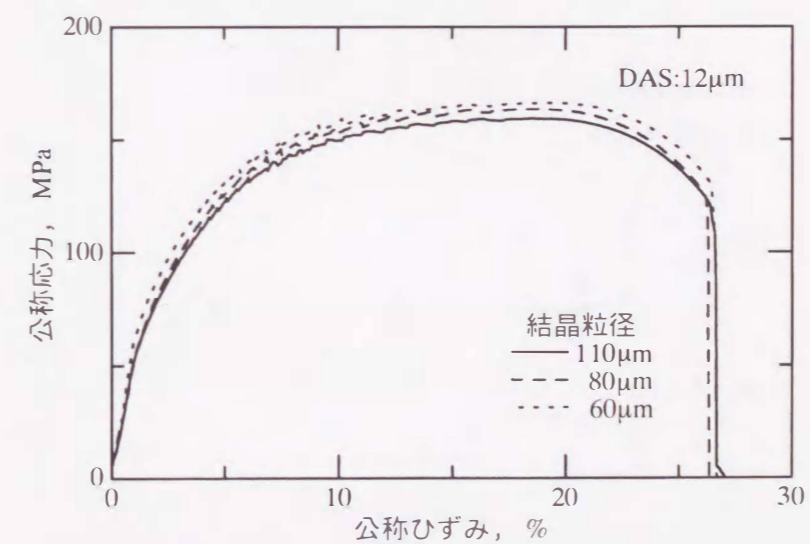


図 5-6 DAS 12 μm 一定で結晶粒径が異なる試料の公称応力-公称ひずみ線図

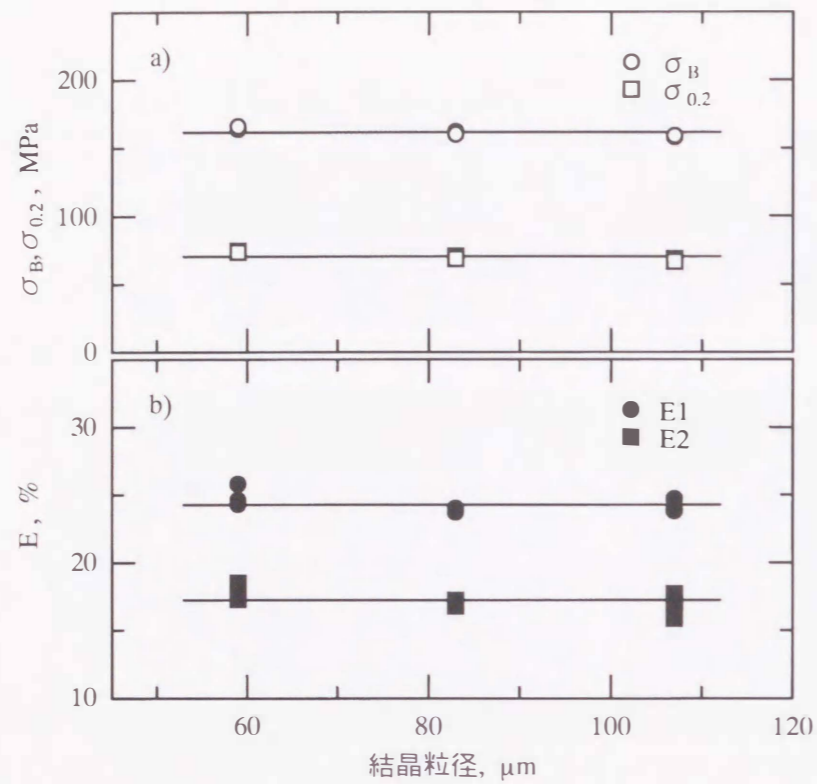


図 5-7 引張特性に及ぼす結晶粒径の影響
 σ_B : 引張強さ
 $\sigma_{0.2}$: 0.2%耐力
 E1 : 破断伸び
 E2 : 均一伸び

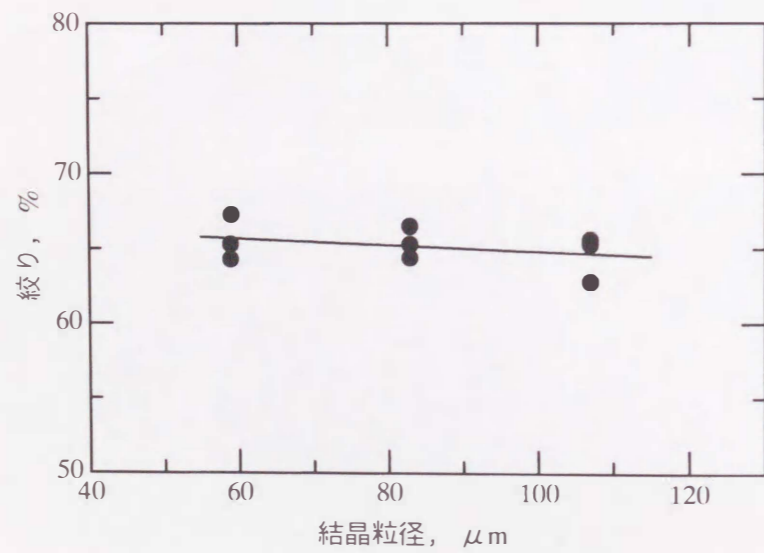


図 5-8 結晶粒径と絞りの関係

5.3.3 DASによる引張特性の変化

次に、結晶粒径が $80 \mu\text{m}$ 一定で DAS が 9, 15 および $25 \mu\text{m}$ と異なる組織を持つ鋳塊の均質化材の引張試験を行い、DASによる引張特性の変化を調べた。その公称応力-公称ひずみ線図を図 5-9 に示す。図に示すごとく、最大応力値までの変化には DAS の違いによる差は認められないが、ネッキングが起こり破断するまでの変化に大きな差が認められ、DAS が小さいほど伸び (破断伸び) が大きくなることがわかる。この公称応力-公称ひずみ線図から読み取った 0.2% 耐力、引張強さ、均一伸び、破断伸びと DAS の関係を図 5-10 に示す。図に示すごとく、引張強さや 0.2% 耐力は DAS によって変化しないが、公称応力-公称ひずみ線図からもわかるように、DAS が小さくなると伸び、特に破断伸びが大きくなることが明瞭に現れている。

一方、引張試験後の破断部の絞りを測定し DAS との関係性を調べた結果を図 5-11 に示す。図 5-9 の公称応力-公称ひずみ線図や図 5-10 の DAS と伸びの関係から予想できるように、伸びと同様に DAS が小さくなると絞りは明瞭に大きくなっており、絞りに及ぼす DAS の影響は大きいといえる。

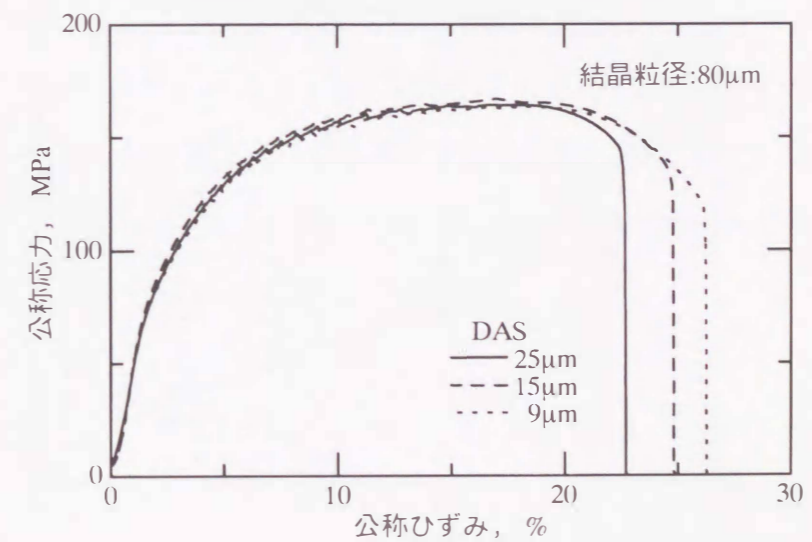


図 5-9 結晶粒径 $80 \mu\text{m}$ 一定で DAS が異なる試料の公称応力-公称ひずみ線図

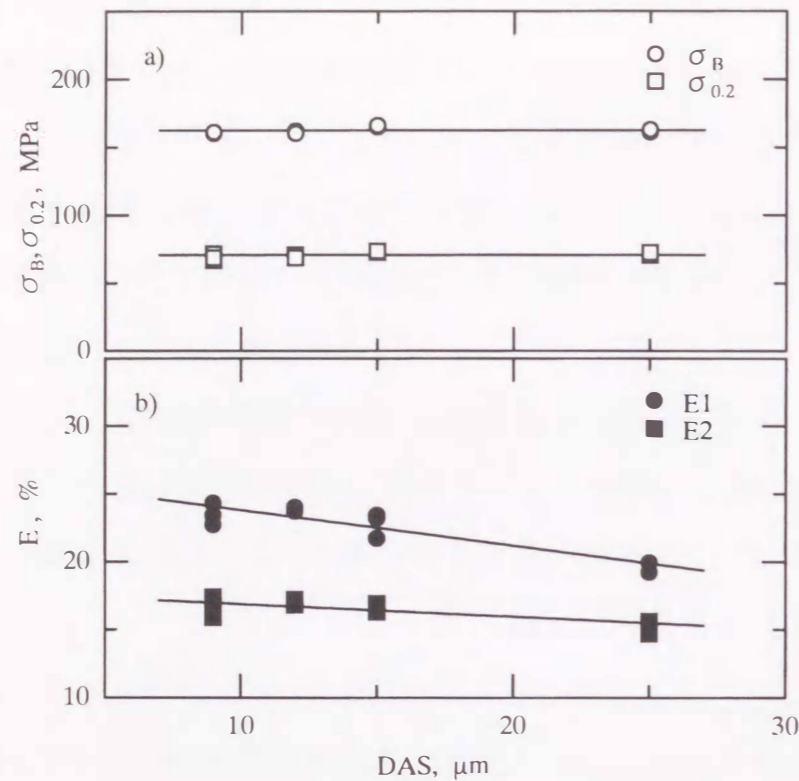


図 5-10 引張特性に及ぼす DAS の影響
 σ_B : 引張強さ
 $\sigma_{0.2}$: 0.2%耐力
 E1 : 破断伸び
 E2 : 均一伸び

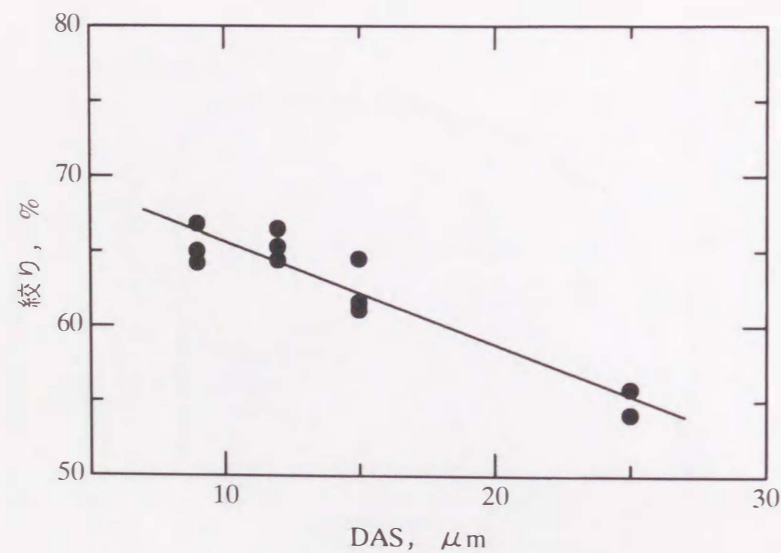


図 5-11 DAS と絞りの関係

5.3.4 引張破断面の観察および EDS 分析結果

図 5-12 に DAS 12 μm 一定で結晶粒径が 60, 110 μm、結晶粒径が 80 μm 一定で DAS が 9, 25 μm の均質化材の引張破断面 SEM 像を示す。いずれの破断面ともディンプルが明瞭に観察され、延性破断をしていることがわかる。破断面の断面積は図 5-8, 5-11 の絞りに及ぼす結晶粒径と DAS の影響に示したごとく、結晶粒径の違いでは差が認められないが、DAS が小さい方が断面積が小さいことがこの SEM 像からも確認できる。拡大して観察すると、破断面は 10 数 μm のディンプルとサブミクロンのマイクロディンプルによって構成されていることがわかる。さらに SEM 像を詳細に見るとディンプルやマイクロディンプルの大きさや分布が結晶粒径や DAS によって異なることがわかる。すなわち、DAS が小さいほどディンプルの大きさが小さくなり、しかも、その大きさがほぼ DAS の大きさと同じであること、結晶粒径が大きいほどマイクロディンプルの面積が増えることがわかる。ディンプルをさらに拡大して詳細に観察すると内部に粒子状のものが数多く認められたので、これら粒子の EDS 分析を行った。その一例として、結晶粒径が 80 μm 一定で DAS が 9, 25 μm のディンプル内部拡大 SEM 像とその内部に存在した粒子の EDS 分析結果を図 5-13 に示す。図に示すごとく、ディンプル内の粒子からマグネシウムとケイ素や鉄とケイ素が対応して検出されたことから、これらの粒子は Mg₂Si 相や Al-Fe-Si 相と考えられる。しかも、これら粒子の大きさは DAS が大きいほど、結晶粒径が大きいほど大きい傾向があることもわかった。この結果は図 5-4 や図 5-5 の EPMA 面分析結果と一致しており、粒内すなわちデンドライトアーム間に存在する Mg₂Si 相や Al-Fe-Si 相の粒子がディンプルの生成と大きく関わっていることを示している。

5. 4 考察

5.4.1 引張特性に及ぼす結晶粒径の影響

図 5-7 に結晶粒径による 0.2% 耐力、引張強さ、均一伸びおよび破断伸びの変化を示したが、結晶粒径が小さくなると引張強さ、0.2% 耐力、伸びとも若干高くな

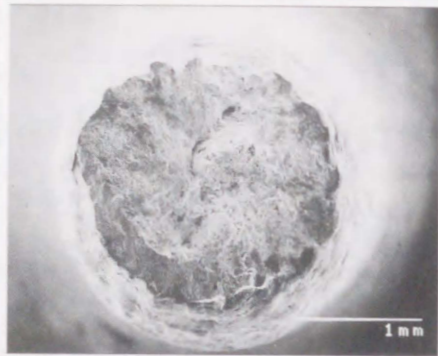
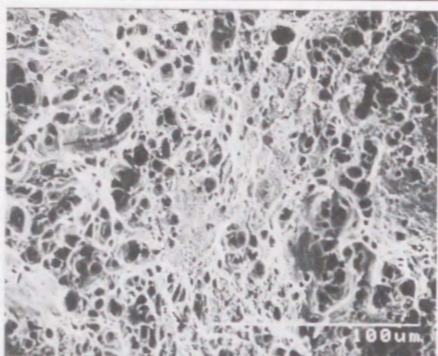
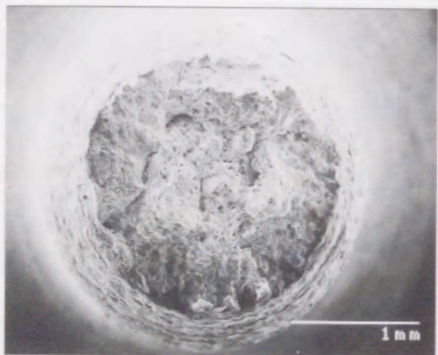
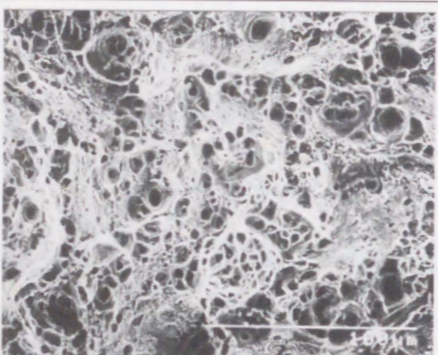
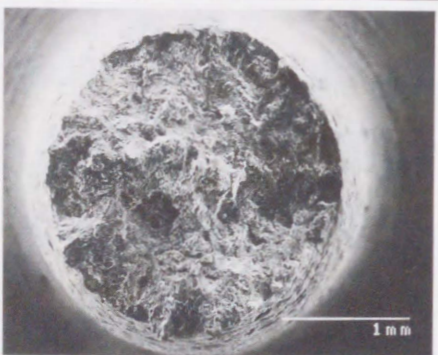
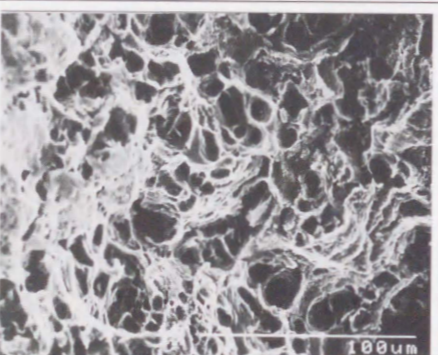
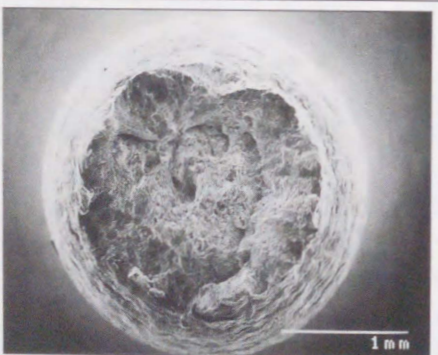
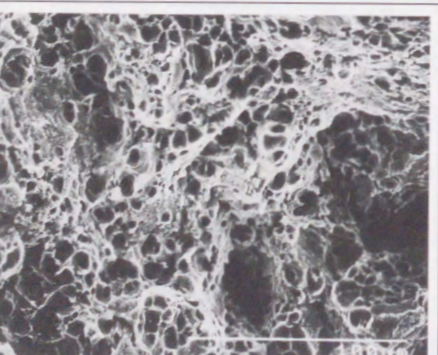
結晶粒径	DAS	破断面全体像	破断面拡大像
110 μ m	12 μ m		
60 μ m			
80 μ m	25 μ m		
	9 μ m		

図 5-12 結晶粒径, DASが異なる鋳塊の均質化処理材の引張破断面SEM像

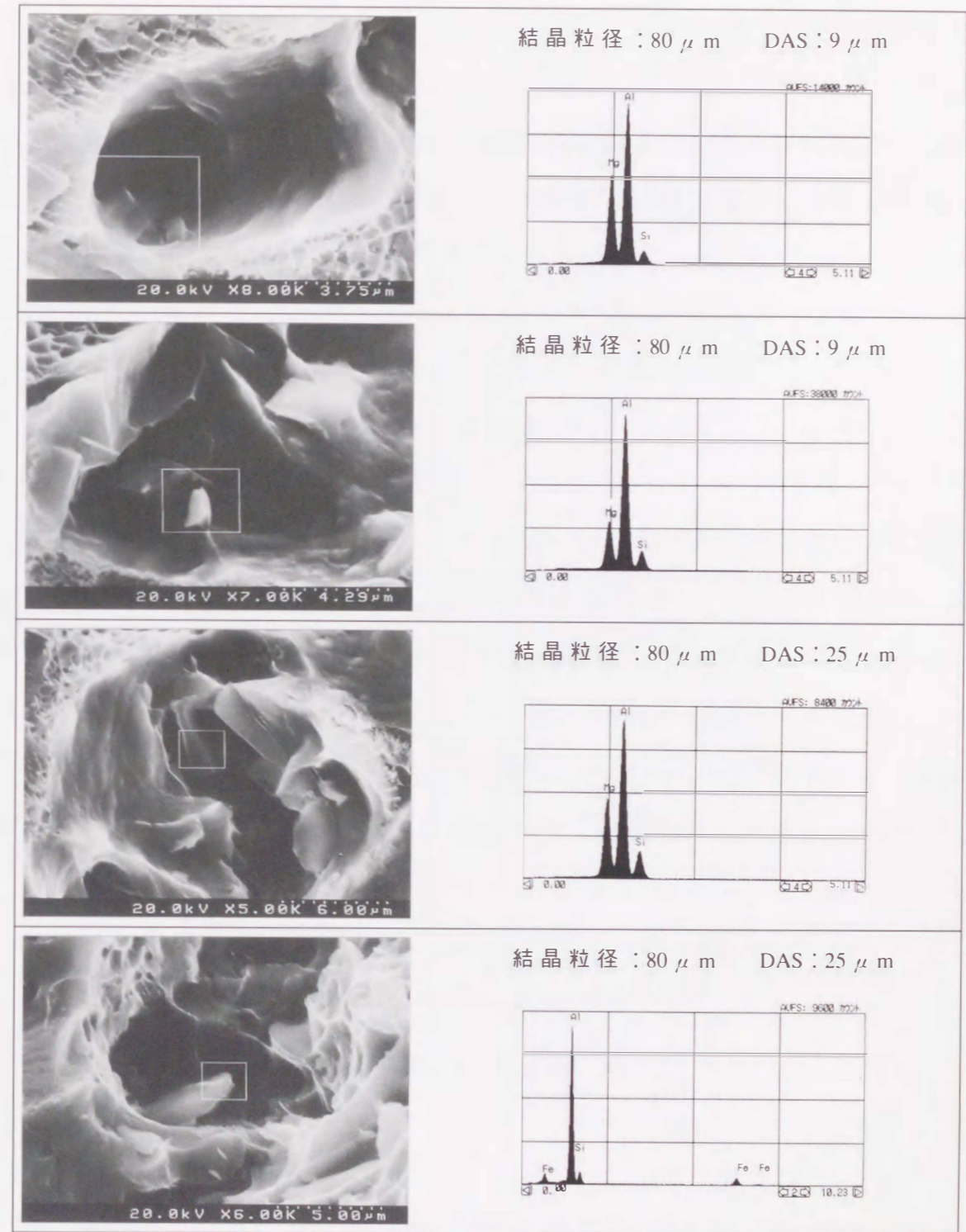


図 5-13 破断面ディンプル内に存在する粒子とそのEDS分析結果

る傾向が見られるものの、その影響はほとんどないことがわかった。しかし、一般的に多結晶材では結晶粒径が小さくなると耐力が向上するというHall-Petchの関係が成り立つといわれており、鑄造材においてもこの関係が成り立つとの報告がある⁶⁵⁾。そこで、今回のデータを結晶粒径の(-1/2)乗を横軸に、0.2%耐力を縦軸にして再プロットすると図5-14が得られた。図に示すごとく、狭い範囲ではあるものの結晶粒径と0.2%耐力の間には次式に示す明瞭な直線関係が認められた。

$$\sigma_{0.2} = 49.4 + 5.9 D^{-1/2} \quad \text{--- (1)}$$

$\sigma_{0.2}$: 0.2% 耐力 (MPa)

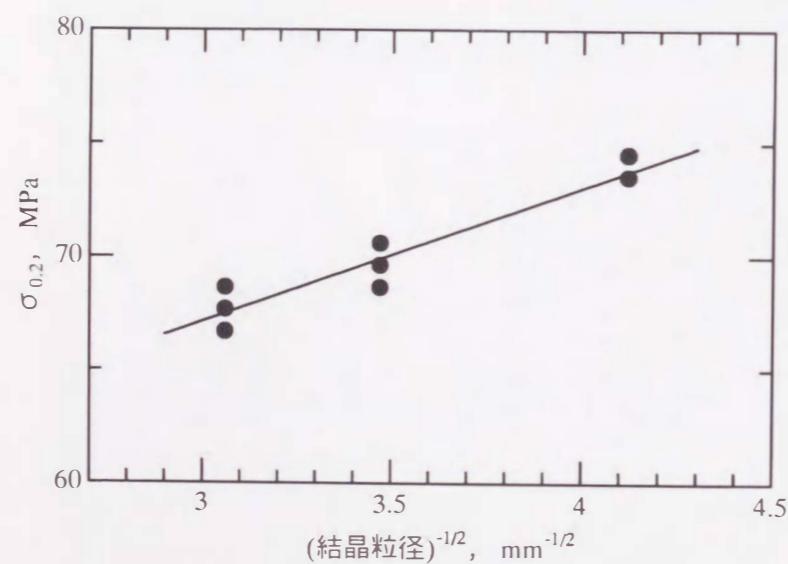


図 5-14 結晶粒径と0.2%耐力の関係

D : 結晶粒径 (mm)

従って、本合金の鑄造材においても結晶粒が大きくなれば結晶粒界にかかる応力集中が大きくなり、隣接する結晶粒にすべりを容易に活性化させることにより降伏応力が低くなるというHall-Petchの関係が成立していることがわかる。しかし、最小と最大の結晶粒の試料で得られる値の差はほぼ6MPa程度と小さく、結晶粒

径が強さに及ぼす影響は小さいといえる。この図における傾きは結晶粒径の依存性を示しているが、Petchが報告したフェライト鋼でのデータではこの傾きは約22.5MPa/mm^{1/2}で耐力(降伏応力)の結晶粒径依存性が大きいと報告されている⁹⁶⁾。しかし、本実験では5.9MPa/mm^{1/2}と非常に小さな値を示しているが、Al-Mg-Si系アルミニウム合金(再結晶粒調整材)で約4.5MPa/mm^{1/2}、Al-Cu合金鑄造材で約4MPa/mm^{1/2}という値が報告^{64), 97)}されていることから、本研究の結果には妥当性があると考えられる。つまり、過去の報告も含めるとAl-Mg-Si系およびAl-Cu系アルミニウム合金においては強度の結晶粒径依存性が非常に小さいと考えられる。

5.4.2 引張特性に及ぼすDASの影響

図5-10にDASによる0.2%耐力、引張強さ、均一伸びおよび破断伸びの変化を示したが、引張強さや0.2%耐力にはDASの影響がないものの、伸び、特に破断伸びに大きな影響を与え、DASが小さいほど破断伸びが大きくなるという結果が今回の実験によって明確にわかった。しかし、Al-Cu合金鑄造材において、DASと0.2%耐力の関係に関しても結晶粒径と同様なHall-Petch型の関係があるのではないかと推定している報告があることから⁶⁴⁾、DASの(-1/2)乗を横軸に、0.2%

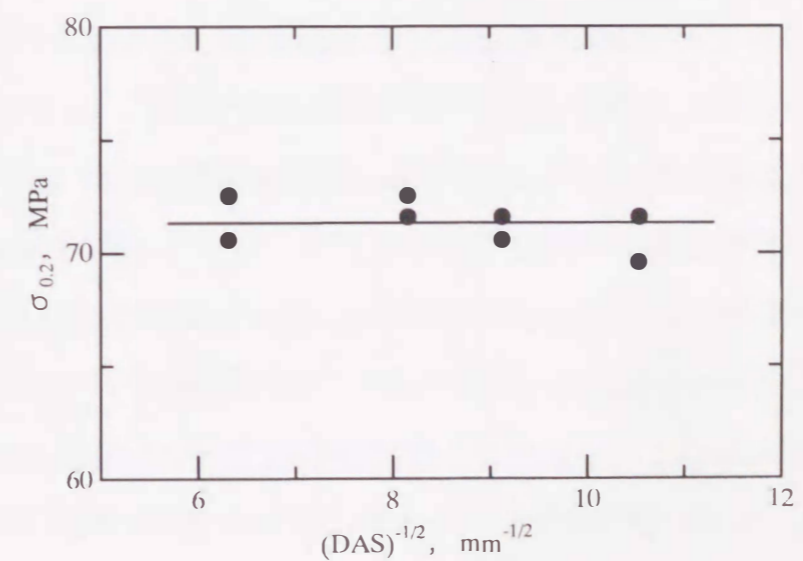


図 5-15 DASと0.2%耐力の関係

耐力を縦軸として図5-10のデータを再プロットして図5-15を得た。図からわかるように0.2%耐力はDASが変化してもほぼ一定値を示しており、Hall-Petch型の関係は認められないことがわかった。これまでの展伸用合金における報告は結晶粒径とDASの分離がなされない状態で得られたものであることから、そのときのDASと強さの関係には結晶粒径の違いが影響を及ぼしていた可能性があると思われる。DASと0.2%耐力の間にHall-Petch型の関係が認められるとの報告は鋳物合金のような高濃度合金や粒子強化型複合鋳造材において見られ^{98), 99)}、その原因としてデンドライトアーム間の第2相粒子の存在が塑性変形時の転位の運動を阻害するためと推測されている⁹⁹⁾。本研究で用いた合金は低濃度の展伸用合金であることからデンドライトアーム間の晶出物が少なく、上述のような強化要素にならないためHall-Petch型の関係が現れなかったとも考えられるが、この点を明らかにするためにはさらに厳密な条件下における研究と整理が必要であろう。

これら機械的強さとは異なり、図5-10ではDASが小さくなると伸びが大きくなるという関係が明確に見られた。従来からDASと伸びには相関があると経験的にいわれてきたが、DASとともに変化する結晶粒径の影響を除くことができず、DASと伸びの関係を明確にはできなかった。本研究では図5-7に示した結晶粒径の伸びに対する影響からわかるように、結晶粒径が変化しても伸びの値はほとんど一定であることが判明した。従って、DASが小さくなると伸びが大きくなるという従来の推測が適切な方向を示していたといえる。

DASが伸びに影響する原因としては従来から鋳物合金のような高濃度合金で晶出物の大きさや分散状態と破壊形態の研究が多くなされ、晶出物を起点としたボイドの発生とその連結による破壊の進行状態の差が伸びの差につながるといわれている。しかし、本合金のように晶出物が少ない展伸用合金でも晶出物の存在状態が伸びに大きく影響しているかどうかは不明確であるものの、均一伸びより破断伸びにDASが大きく影響するという今回の実験結果は、破壊過程に晶出物の存在が大きく関与していることを示唆しているものと考えられる。

一方、図5-11に示したように、伸びと同様にDASが小さくなると絞りが明瞭

に大きくなっており、絞りに及ぼすDASの影響は大きい。最近、引張試験による絞りを加工性の評価因子として扱っている報告^{100), 101)}が見受けられるが、伸びと同様に絞りの面からもDASが小さいほど加工性が良好であると推定される。

5.4.3 結晶粒径、DASと破断形態の関係

図5-12に示した破断面のSEM観察により、引張破断面は10数 μm のディンプルとサブミクロンのマイクロディンプルによって構成されていることがわかった。さらにそのディンプルやマイクロディンプルの大きさと分布が結晶粒径やDASによって異なることも判明した。すなわち、DASが小さいほどディンプルの大きさが小さくなり、しかも、その大きさがほぼDASの大きさと同じであること、結晶粒径が大きいほどマイクロディンプルの面積が増えていることがわかった。この現象より、ディンプルはデンドライトアームを横断した破壊、つまり粒内破壊であり、マイクロディンプルは粒界に沿った粒界破壊の可能性が考えられる。これら試料のマイクロ組織は図5-3に示したごとく、結晶粒界やデンドライトアーム間に存在する晶出物など第2相粒子の大きさや分布状態が異なっており、この大きさや分布状態と破壊形態には何らかの関係があると考えられる。事実、図5-13に示したごとく、EDS分析の結果、ディンプルの内部には Mg_2Si 相やAl-Fe-Si相と思われる粒子が数多く観察され、しかも、これら粒子の大きさがDASが大きいほど、結晶粒径が大きいほど大きい傾向があることがわかった。この結果はEPMAによる引張試料内部組織の面分析結果とも一致しており、組織内に存在する Mg_2Si 相やAl-Fe-Si相の粒子がディンプルの生成と大きく関わっていることを示している。

以上の結果も含めて、DASが小さいほど伸びが大きいという現象について考察すると、DASが小さいほど凝固時にデンドライトアーム間の晶出物が小さく分散し、かつ均質化処理によってさらに分断、球状化して均一に分布することから、晶出物など第2相粒子近傍でのボイドの発生と破断時の割れの伝播が抑制され、結果として伸び、正確には破断伸びが増加するものと推定される。一方、結晶粒径は今回検討した範囲内ではDASほど晶出物の分散に大きな影響を与えないこ

とから、結果として伸びへの影響が少なかったものと考えられる。しかし、これら晶出物など第2相粒子の分散状態が伸びに及ぼす大きな因子とするならば、結晶粒界上の晶出物の分散には結晶粒径が影響するはずであり、今回実験した結晶粒径よりさらに微細になると伸びは大きく向上する可能性があるものと推定される。

5. 5 結言

断熱鋳型方式による堅型半連続鋳造法を用いて鋳造速度および微細化剤の添加量により結晶粒径とDASを単独に制御した6061アルミニウム合金鋳塊を作製し、結晶粒径とDASの引張特性に及ぼす影響を調べた結果、次のことが明らかとなった。

- (1) 結晶粒径が小さくなると引張強さ、0.2%耐力、伸びおよび絞りがわずかに大きくなる程度で、引張特性に及ぼす結晶粒径の影響は小さい。
- (2) DASが小さくなると引張強さ、0.2%耐力はほとんど変わらないが、伸び、絞りが大きくなる。
- (3) 結晶粒径と0.2%耐力の間にはHall-Petchの関係が明確に認められたが、DASと0.2%耐力の間には認められなかった。
- (4) 組織や破断面の観察から、DASが小さくなると伸びが大きくなる原因として、DASによる晶出物の分散状態が大きく影響している可能性があると考えられる。つまり、DASが小さいと晶出物が小さくかつ均一に分散し、破壊時の粒子近傍におけるボイドの生成および割れの伝播を抑制することによって伸びが大きくなるものと推定される。

本研究で開発した断熱鋳型方式による堅型半連続鋳造法には組織が微細になる、特にDASが微細になる特徴がある。これは、DASが微細になれば冷間加工時の加工性の評価項目である伸びや絞りが大きくなるという研究結果から考えて、本鋳造法で得られる鋳塊には加工性に優れるという非常に重要な品質的特徴があることがわかった。

第6章 6061アルミニウム合金連続鋳造鋳塊の引張特性に及ぼす均質化処理とDASの影響

6. 1 緒言

前章では引張特性に及ぼす結晶粒径とDASの影響について述べ、結晶粒径は影響が小さいもののHall-Petchの関係に従って0.2%耐力に影響し、DASは伸びに影響することを明らかにした。特に、DASは引張強さや0.2%耐力に影響しないものの、加工性を評価する項目である伸びや絞りに大きく影響し、DASが小さいほど伸びや絞りが大きくなることが明確になった。このことは、本研究で開発した断熱鋳型方式による堅型半連続鋳造法にはDASが微細になるという特徴があることから、本鋳造法によって得られる鋳塊は冷間加工に対して非常に優位であることを示唆している。

このDASが伸びに影響する原因として、晶出物など第2相粒子の分散状態の関与が考えられたが、前章で示したごとく、第2相粒子の分散状態は均質化処理によって変化する。工業的には展伸用合金の鋳造素材は均質化処理を施してから加工されることが一般的であることから、DASと均質化処理の関係、および加工性に及ぼすこれらの影響を明らかにすることは工業的にも非常に重要な意義がある。

そこで、本章では異なるDASを持つ鋳塊に各種条件の均質化処理を施し、引張試験を行って引張特性、特に伸びに及ぼす影響を調べ、本鋳造法で得られる鋳塊の特徴をさらに詳細に明らかにするとともに、DASの物理的意味に関しても考察を加えた。

6. 2 実験方法

本研究では、断熱鋳型方式による堅型半連続鋳造装置を用いて、第4章で述べ

たような casting 速度と結晶微細化剤添加量をコントロールする方法で結晶粒径を $80\ \mu\text{m}$ 一定とし DAS を $9\ \mu\text{m}$ と $25\ \mu\text{m}$ に調整した鋳塊を得て試料とした。以降、DAS が $25\ \mu\text{m}$ の試料を $25\ \mu\text{m}$ 材、 $9\ \mu\text{m}$ の試料を $9\ \mu\text{m}$ 材と称す。試料の合金は第 4, 5 章で使用したものと同じ成分の 6061 アルミニウム合金をベース材として用いた。なお、DAS の $25\ \mu\text{m}$ は工業的に生産されている直径 $200\sim 300\text{mm}$ の 6061 アルミニウム合金連続 casting ビレットの DAS に相当する値である。

具体的な試料の作製は次のように行った。電気炉で 10kg のベース材を溶解し、アルゴンガスを $1\text{l}/\text{min}$ で約 $30\sim 40\text{min}$ 吹き込んで脱ガス処理を行った後、微細化剤として Al-5\%Ti-1\%B 合金を添加して直径約 50mm の鋳塊に casting した。 casting 条件は casting 温度を 700°C 、冷却水量を $20\text{l}/\text{min}$ 、冷却水温 18°C 一定とした。 $9\ \mu\text{m}$ 材は casting 速度 $250\text{mm}/\text{min}$ 、Ti 量 0.010mass\% 、 $25\ \mu\text{m}$ 材は casting 速度 $60\text{mm}/\text{min}$ 、Ti 量 0.026mass\% の条件で得た。組織の確認はバーカー氏液で陽極酸化処理を行った後、顕微鏡観察を行い、結晶粒径を求積法で、DAS は 2 次枝法⁶¹⁾ で確認した。その組織を図 6-1 に示す。

得られた鋳塊には 500 、 550 および 570°C 3 水準の均質化処理を行った。処理条件は処理温度まで 2h で昇温し、昇温直後を 0h として 0 、 0.5 、 1 、 3 、 6 、 12h と均熱時間を変化させた後、 $15^\circ\text{C}/\text{min}$ の冷却速度で冷却した。各々の鋳塊は $0.5\%\text{HF}$ にてエッチングしてマイクロ組織を顕微鏡観察し、均質化処理による組織変化を確認するとともに、画像解析装置により晶出物など第 2 相粒子の大きさや分布状態の変化を定量評価した。また、渦電流式導電率計を用いて、均質化処理過程での導電率の変化を測定した。

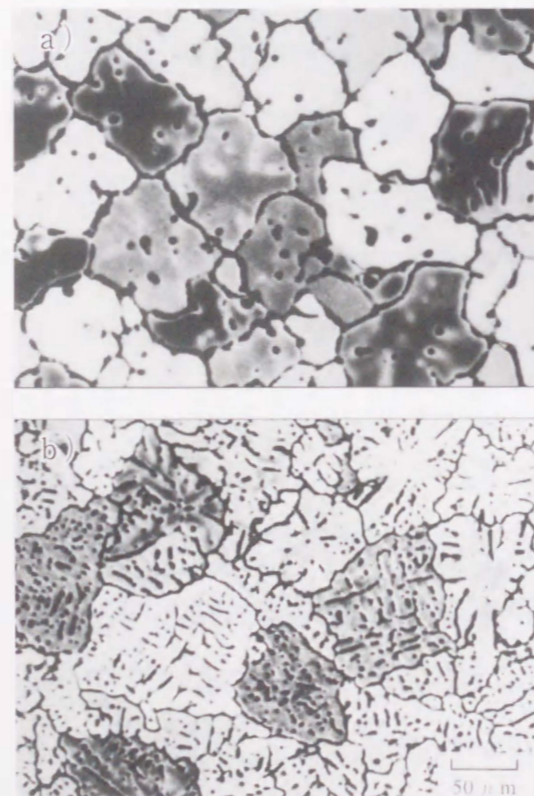


図 6-1 試料のマイクロ組織

結晶粒径： $80\ \mu\text{m}$
 a) DAS $25\ \mu\text{m}$
 b) DAS $9\ \mu\text{m}$

これらの鋳塊から前章と同じ平行部直径 3mm 、平行部長さ 18mm の小型試験片を削り出し、インストロン型引張試験機で試験条件 20°C 、初期ひずみ速度 $9.3 \times 10^{-4}/\text{s}$ で引張試験を行った。また、引張試験後の試験片について破断面の走査電子顕微鏡 (SEM) 観察を行うとともに、破断面近傍の縦断面マイクロ組織の顕微鏡観察を行った。

一方、鋳塊の残留ひずみの有無を確認する目的で、透過電子顕微鏡 (TEM) 観察を行って転位の存在状態を確認した。また、走査電子顕微鏡 (SEM) -ECP で母相のチャネリングパターンを得、焼鈍材に所定のひずみを与えた試料から得られたパターンと比較して、パターンの鮮明度合いから残留ひずみの有無を確認した。

6. 3 実験結果

6.3.1 均質化処理条件と DAS による組織の変化

まず、As-cast と 550°C で $0\sim 12\text{h}$ の均質化処理後のマイクロ組織を顕微鏡観察し、組織に及ぼす処理時間の影響を確認した。図 6-2 に $9\ \mu\text{m}$ 材、図 6-3 に $25\ \mu\text{m}$ 材のマイクロ組織を示す。図からわかるように、As-cast では $9\ \mu\text{m}$ 材、 $25\ \mu\text{m}$ 材とも結晶粒界やデンドライトアームに沿って晶出物がネットワーク状に分布しているが、 $9\ \mu\text{m}$ 材の方が $25\ \mu\text{m}$ 材より晶出物の大きさが小さく、かつ密に分布している。均質化処理を施すとこれら晶出物は時間とともに分断、球状化しているが、その進行度合いは明らかに $25\ \mu\text{m}$ 材より $9\ \mu\text{m}$ 材の方が速い。 $9\ \mu\text{m}$ 材では昇温直後の 0h で既に粒界やデンドライトアームが不明瞭になっているのに対し、 $25\ \mu\text{m}$ 材では 12h でも晶出物の並びで粒界やデンドライトアームの位置がわかる程度に晶出物のネットワークが残存している。この晶出物の形状や分布状態が均質化処理によってどのように変化しているかを画像解析装置を用いて平均粒子面積および次式で示す平均粒子形状係数について定量的に解析した。

$$\text{形状係数} = \text{粒子外接円面積} / \text{粒子面積} \quad \text{--- (1)}$$

※) 円形度合を示し、1 に近いほど円に近づくことを示す係数

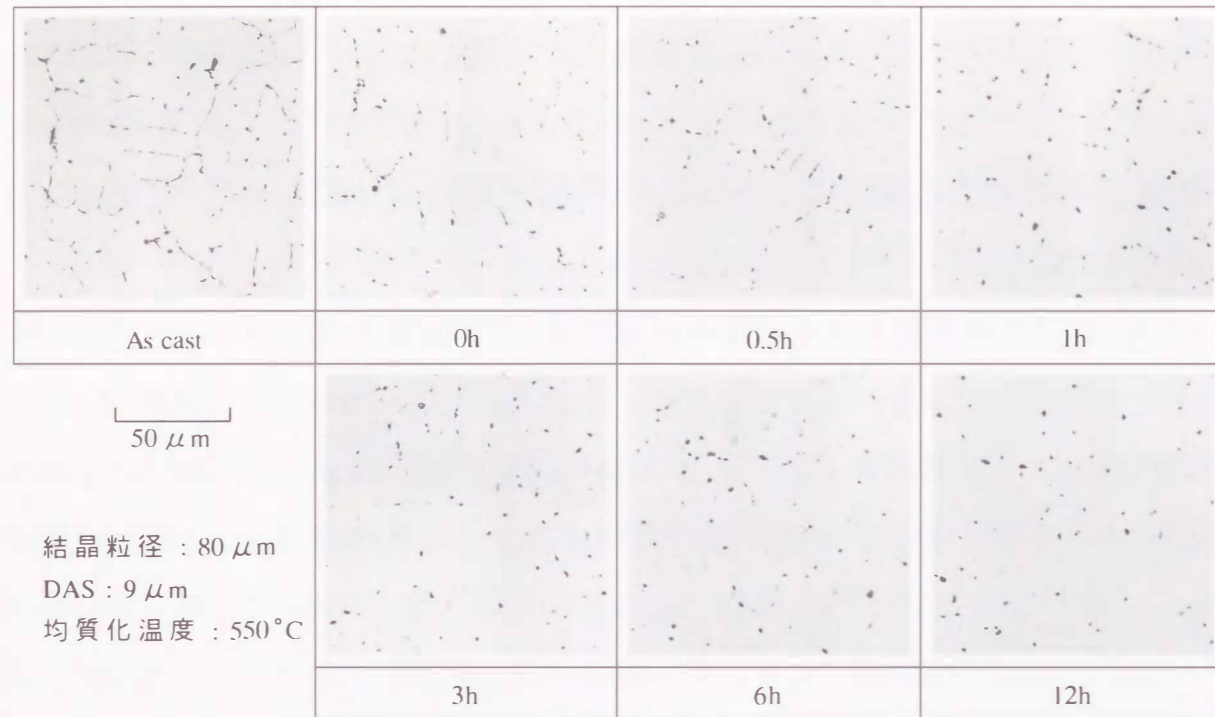


図 6-2 DAS 9 μm 材の均質化処理によるミクロ組織の変化

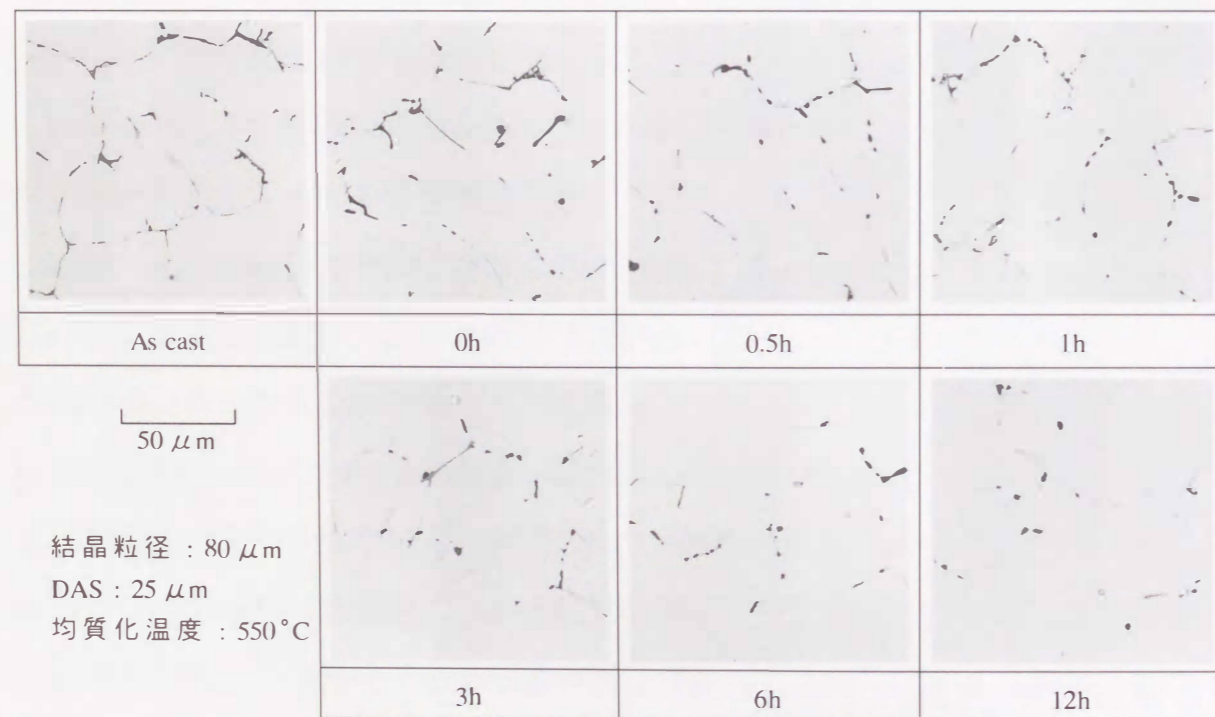


図 6-3 DAS 25 μm 材の均質化処理によるミクロ組織の変化

その結果を図 6-4 に示す。図からわかるように、As-cast では 9 μm 材は 25 μm 材より平均粒子面積が約 1/3 弱で、平均粒子形状係数が約 2/3 の値である。この値からも 9 μm 材が 25 μm 材と比べて晶出物が小さくかつ球状に近いことを示している。均質化処理を施すと、9 μm 材では平均粒子面積がほとんど変化せずに平均粒子形状係数が昇温直後に低下し、その後ほとんど変化していないことから、昇温直後に既に粒子の球状化がほぼ終了していることがわかる。一方、25 μm 材では 0.5h までは急激に平均粒子面積が小さくなりかつ平均粒子形状係数も減少し、その後は平均粒子面積は変化しないものの平均粒子形状係数が徐々に減少

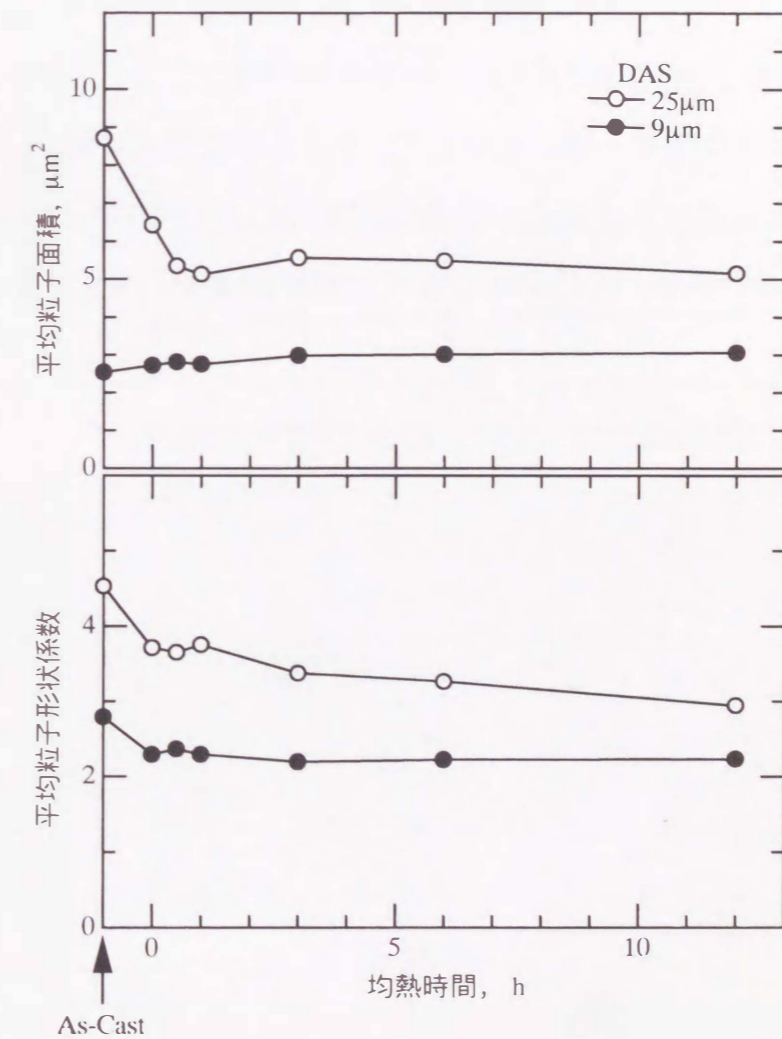


図 6-4 550°C 均質化処理温度における均熱時間と第 2 相平均粒子面積および平均粒子形状係数の関係

していることから球状化がゆっくりと進んでいるものと思われる。つまり、25 μ m材のように As-cast で大きな針状の晶出物があるものは、均質化処理の初期に晶出物の分断が起こり、その後徐々に球状化していくものと思われる。これに対し9 μ m材は細かなデンドライトアームによって As-cast で既に微細にかつ均一に晶出物が分散されているため、均質化処理によって速やかに球状化が進行するものと思われる。この画像解析による結果は図6-2、図6-3の組織観察結果と一致する。

次に、均質化処理温度500、550および570°Cでの0hと6hのマイクロ組織を図6-5に示す。図より、温度が高いほど晶出物の分断、球状化が進み、9 μ m材と25 μ m材を比較すると9 μ m材の方が明らかに進行度合いが速いことがわかる。25 μ m材は500、550°Cでは晶出物のネットワークが残存しているが570°Cにもなると6hで晶出物の球状化が十分に進行して、9 μ m材と類似の組織になっている。ここで、画像解析装置により測定した各処理温度における均熱時間と平均粒子面積の関係を図6-6に示す。図に示すごとく、解析結果からも、9 μ m材では平均

DAS	9 μ m		25 μ m	
	0h	6h	0h	6h
500°C				
550°C				
570°C				

図 6-5 均質化処理条件による鋳塊マイクロ組織の変化

50 μ m

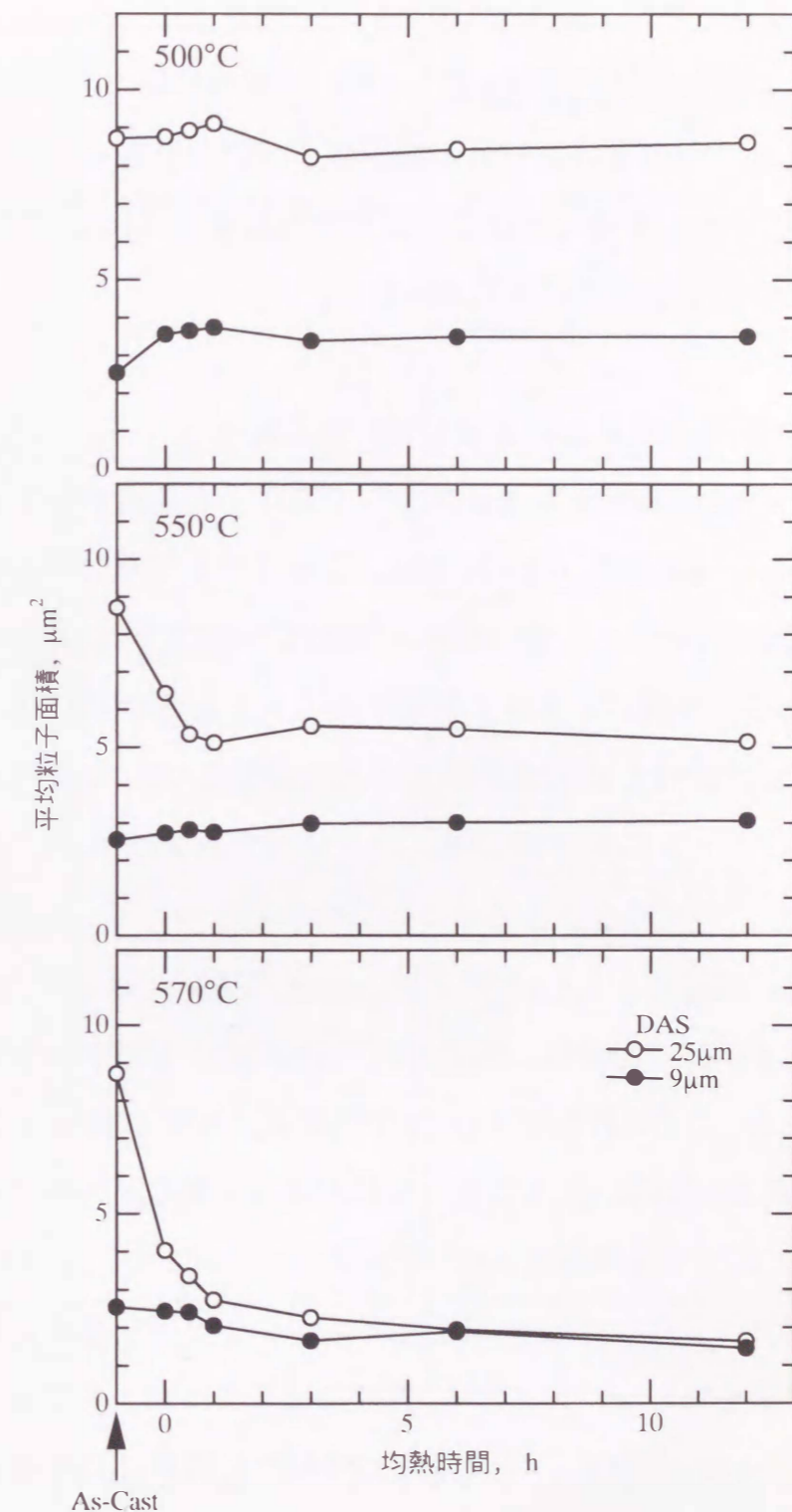


図 6-6 各均質化処理温度における均熱時間と第2相平均粒子面積の関係

粒子面積の変化が少ないのに対し、25 μ m材では処理温度が高くなるとともに均質化処理初期に急激に平均粒子面積が小さくなっていることがわかる。また、570°Cでは6hもすると平均面積的には9 μ m材と同程度の大きさになっていることがわかる。この画像解析の結果も図6-5の組織観察結果と一致する。

以上の結果より、DASが小さいほど晶出物の変化が進みやすいことが明確になったが、DASを小さくすることは品質面や均質化処理の低温化、短時間化という省エネルギーの面でも優位にあるといえる。

6.3.2 均質化処理条件とDASによる引張特性の変化

以上のようなDASおよび均質化処理条件で変化する組織を有する試料について引張試験を行い、引張強さ、0.2%耐力および伸びの変化を均質化処理時間で整理した結果を図6-7に示す。均質化処理材(550°C×6h)ではDASが引張強度や0.2%耐力には影響せず伸びに大きく影響することを前章で示した。同様に、As-cast状態で9 μ m材と25 μ m材を比較すると引張強度や0.2%耐力には全く差がないものの、伸びは9 μ m材で約27%、25 μ m材で約22%と既に差が生じていることがわかる。この状態から各条件で均質化処理を行うと、いずれの試料においても処理直後に引張強さと0.2%耐力はAs-castの値から低下し、その後の処理によって変化せずほぼ一定の値で処理条件やDASによる差がほとんど認められないことがわかる。一方、伸びはAs-castで既に9 μ m材と25 μ m材に差があるが、DAS、処理温度、時間によってその変化が大きく異なっている。すなわち図6-7a)およびd)に示す処理温度500°Cの低温処理では、9 μ m材および25 μ m材とも処理時間が長くなってもAs-castとほぼ同じレベルで推移し変化が見られない。しかし、図6-7b), e)およびc), f)に示すように、処理温度が550および570°Cと高くなると、伸びも引張強さや0.2%耐力と同様に処理直後に一旦低下した後に徐々に回復することがわかった。しかもその回復状態がDASによって異なっている。9 μ m材では均質化処理とともに伸びは一旦22%程度まで減少した後、処理時間が長くなると約25%程度に回復している。その回復の進行状態は処理温度が高いほど早く、570°Cでは1h程度で既に25%まで回復している。一

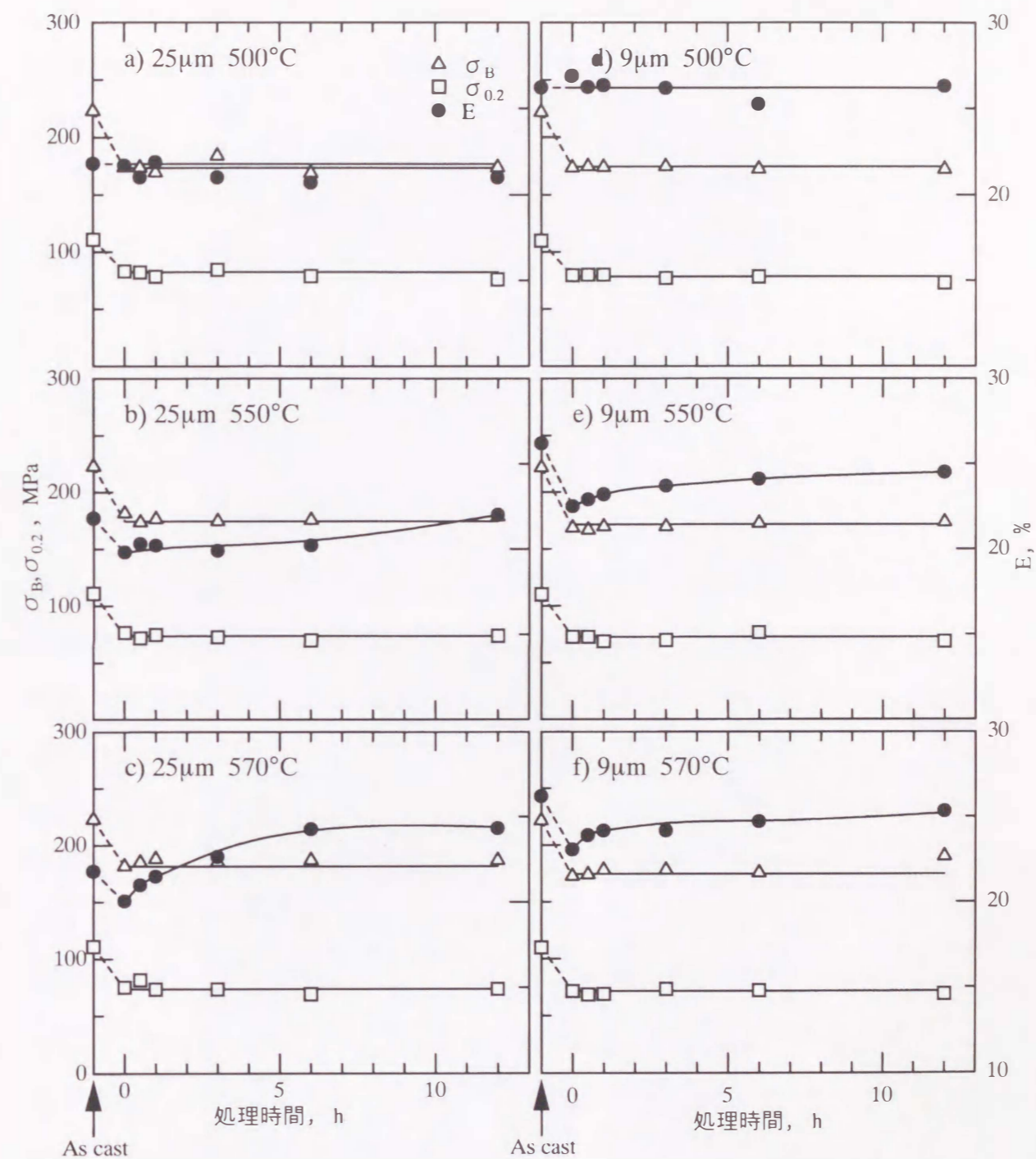


図6-7 DASおよび均質化処理条件による引張特性の変化

方、 $25\ \mu\text{m}$ 材でも処理直後に18%程度に一旦低下した後に回復しているが、その回復状態が $9\ \mu\text{m}$ 材と様相が異なっている。図6-7b)に示すごとく 550°C では回復の進行が遅く12hでもまだ回復の過程にあると考えられるが、 570°C の高温処理では図6-7c)に示すごとく急速に回復し、6hではほぼ25%と $9\ \mu\text{m}$ 材と同程度の値を示すに至っている。

以上のように、均質化処理において伸びの変化にDASによる違いが見られ、DASが小さいほど低温短時間で伸びが回復、安定化することがわかった。また、DASが大きくても、高温処理によってDASによる伸びの差を解消できることがわかった。

6.3.3 均質化処理条件とDASによる破断面形態の変化

前章において、引張試験片の破断面の観察からDASが小さくなると伸びが大きくなる原因として、DASによる晶出物など第2相粒子の分散状態が大きく影響している可能性を示唆した。前述したごとく、晶出物など第2相粒子の分散状態は均質化処理によって大きく変化する。故に、均質化処理によって破断面の形態も変化する可能性がある。そこで、晶出物など第2相粒子の分散状態の変化と伸びの関係をさらに明確にする目的で、DASおよび均質化処理条件による破断面の形態の変化を詳細に調べた。図6-8に $9\ \mu\text{m}$ 材および $25\ \mu\text{m}$ 材のAs-castならびに500, 550, 570°C の6h処理材の破断面SEM像を示す。破断面にはいずれも大きなディンプルとサブミクロンのマイクロディンプルが観察され、前章でも述べたとおりDASとディンプルの大きさがほぼ同じである。このディンプルとマイクロディンプルの存在状態は均質化処理温度によって変化し、処理温度が低いとマイクロディンプルより大きなディンプルの占める面積が多く、処理温度が高くなるとともにマイクロディンプルの面積が多くなっている。一見、大きなディンプルが多い低温処理品が延性破壊の破断形態を示し、高温処理品は脆性破壊の破断形態を示しているように見える。

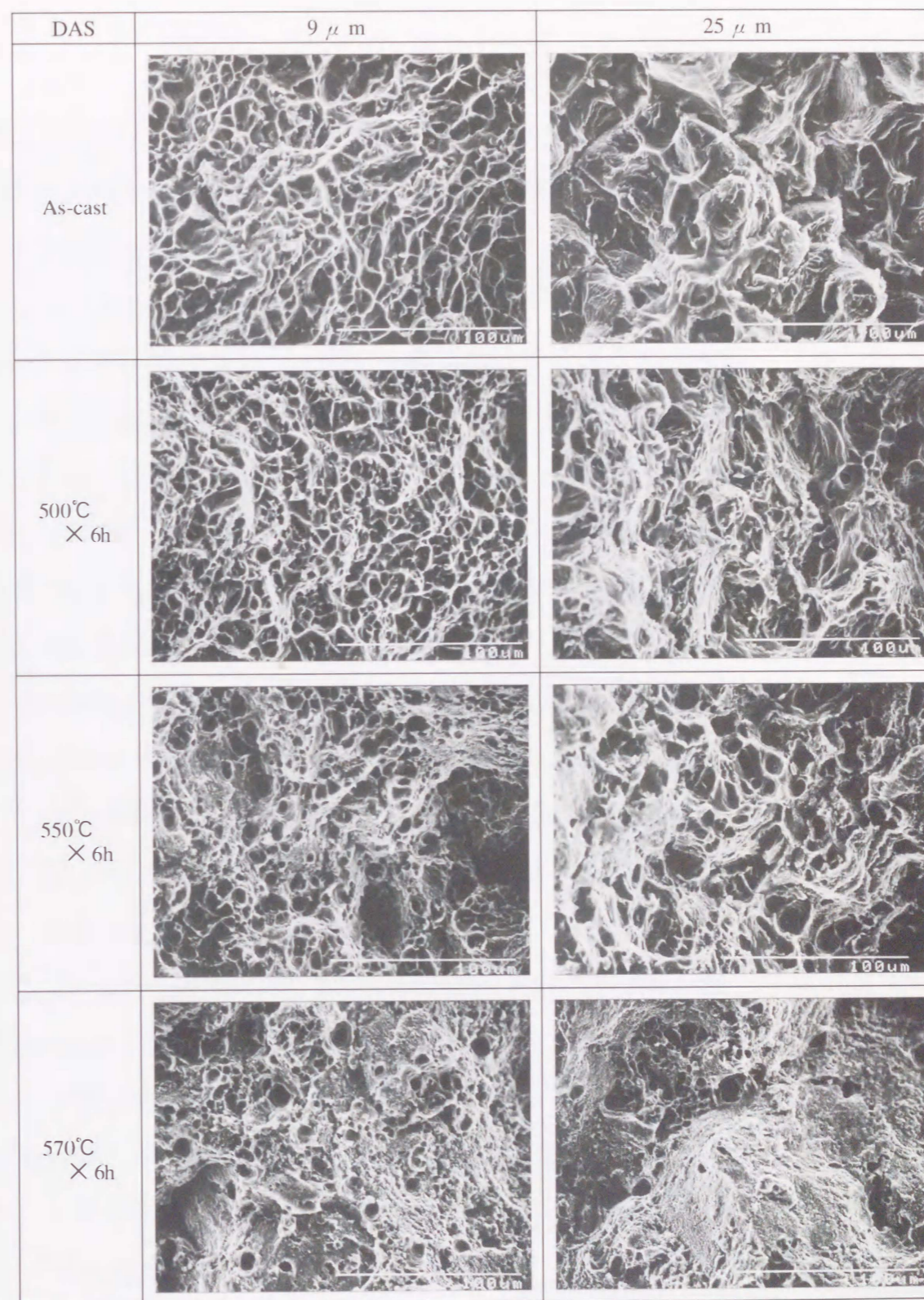


図 6-8 各均質化処理条件における引張破断面SEM像

6.4 考察

6.4.1 引張特性に及ぼす均質化処理条件とDASの影響

図6-7に示したごとく、引張強さや0.2%耐力は均質化処理によってAs-castより低下するものの、処理温度や時間およびDASによって影響されずほぼ一定の値を示すが、伸びに関してはDASの違いが処理条件によって大きく影響することがわかった。すなわち、DASが小さいほど均質化処理初期に低下した伸びが低温短時間で回復、安定化することがわかった。しかも、高温処理をすることによってDASによる伸びの差を解消できることもわかった。この均質化処理による伸びの変化は図6-2から図6-6に示した晶出物の形態や分散状態の変化と連動しているようである。9 μ m材では均質化処理の初期より晶出物のネットワークがほとんど観察されないほど晶出物の分散が速く、その変化と同じように伸びの回復、安定化も速い。しかし、25 μ m材ではAs-castに見られる大きな晶出物のネットワークは500や550 $^{\circ}$ Cの処理ではかなり残存し、570 $^{\circ}$ C \times 6hの処理でようやく見られなくなっている。またそのときの晶出物の分布等の様相は同処理における9 μ m材のそれと類似しており、伸びの値が両者ともほぼ約25%であることと一致している。このことから、伸びと晶出物の分散状態が密接に結びついているものと考えられる。

一方、この実験において均質化処理初期に引張強さ、0.2%耐力、伸びがとも低下するといった現象が現れた。このことはAs-cast材に熱を加えることにより何らかの変化が起きていることを示している。一般的に、連続铸造铸塊においては铸造時の冷却、収縮による内部残留応力が数10~100MPaにも及ぶとの報告¹⁰²⁾、¹⁰³⁾があることや、本铸造法には第2章で述べたような急冷⁵³⁾の特徴があることから溶質の強制固溶もその一因と考えられる。その原因をつかむため、先ず、均質化処理過程での導電率の変化を確認した。その結果を図6-9に示す。図は縦軸をAs-castからの導電率の変化量として示している。9 μ m材、25 μ m材とも均質化処理の初期に大幅に導電率が高くなり、後は処理時間とともに徐々に増加している。しかし、均質化処理初期の増加量は500 $^{\circ}$ Cの低温では少なく、550、570

$^{\circ}$ Cでは多くなっており、その後の増加量も500 $^{\circ}$ Cは550や570 $^{\circ}$ Cと異なって量的に小さいままで推移している。さらに詳細に見ると、550 $^{\circ}$ Cや570 $^{\circ}$ Cでは9 μ m材が6hでほぼ飽和しているのに対し、25 μ m材は若干遅れて12hまで増加を続けている。いずれにせよ、こ

の導電率の増加は熱を加えたことによる内部ひずみの開放や固溶成分の析出によるものと考えられ、この点でもDASが小さいほど、均質化の進行が速いということがわかる。なお、本実験では均質化処理後の冷却を15 $^{\circ}$ C/minの速度で行っているため、いわゆる溶体化状態にはなっておらず、冷却過程で十分に固溶成分の析出が進むものとする。

次に、As-cast状態で铸塊内部に残留ひずみが存在するかどうかをTEMによる組織観察およびSEM-ECPによるチャネリングパターンの観察で確認した。もし、大きな残留ひずみが存在するならば母相中に転位の集積などが観察されるはずとの考えから先ずTEMによる組織観察を行った。しかし、図6-10にその一例を示すが、9 μ m材、25 μ m材のAs-castとも転位の集積などは確認することはできなかった。一方、ひずみが存在する

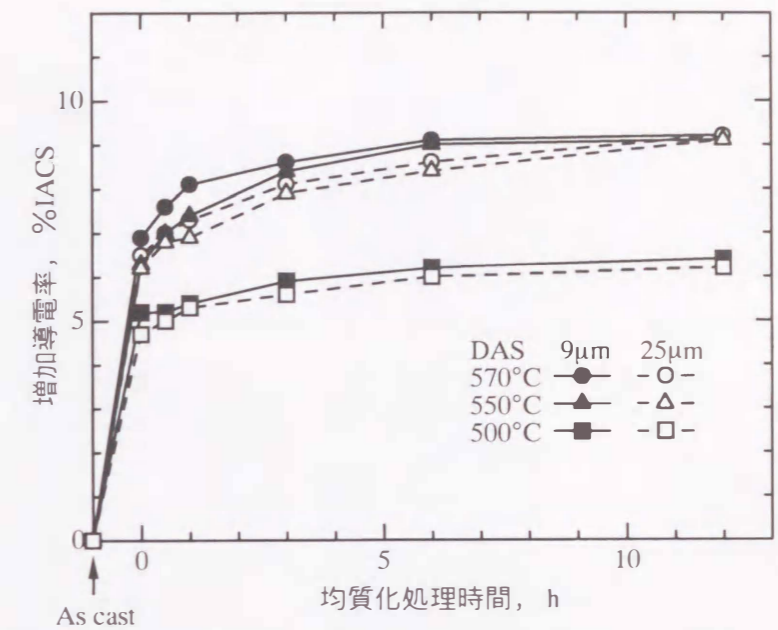


図6-9 均質化処理時間による導電率の変化



図6-10 As-cast材のTEM像

場合にECPパターンが不鮮明になるという現象を利用し、550°Cで6h処理後炉冷した焼鈍材に引張にて0.3, 2, 4%のひずみを与えた試料を作製し、9 μ m材, 25 μ m材のAs-cast材および均質化材とSEM-ECPにて比較観察した。図6-11に焼鈍材にひずみを与えた場合のパターン変化の一例を示す。図に示すごとく、無ひずみの焼鈍材ではパターンが明瞭であるのに対し、ひずみ量が増加するにつれてパターンが不鮮明に変化するのがわかる。これに対し、図6-12に9 μ m材と25 μ m材のAs-cast材および550°C×6h均質化材のパターンを示す。図から明らかのように、両試料のAs-cast材, 均質化材ともパターンが明瞭に現れており、かつAs-cast材と均質化材に差が認められないことから両試料にはひずみが存在しないことがわかる。

一般的に、従来の連続鋳造法では第1章で示したごとく凝固界面が鋳造方向に大きく凸形状に湾曲し鋳塊径方向の温度分布

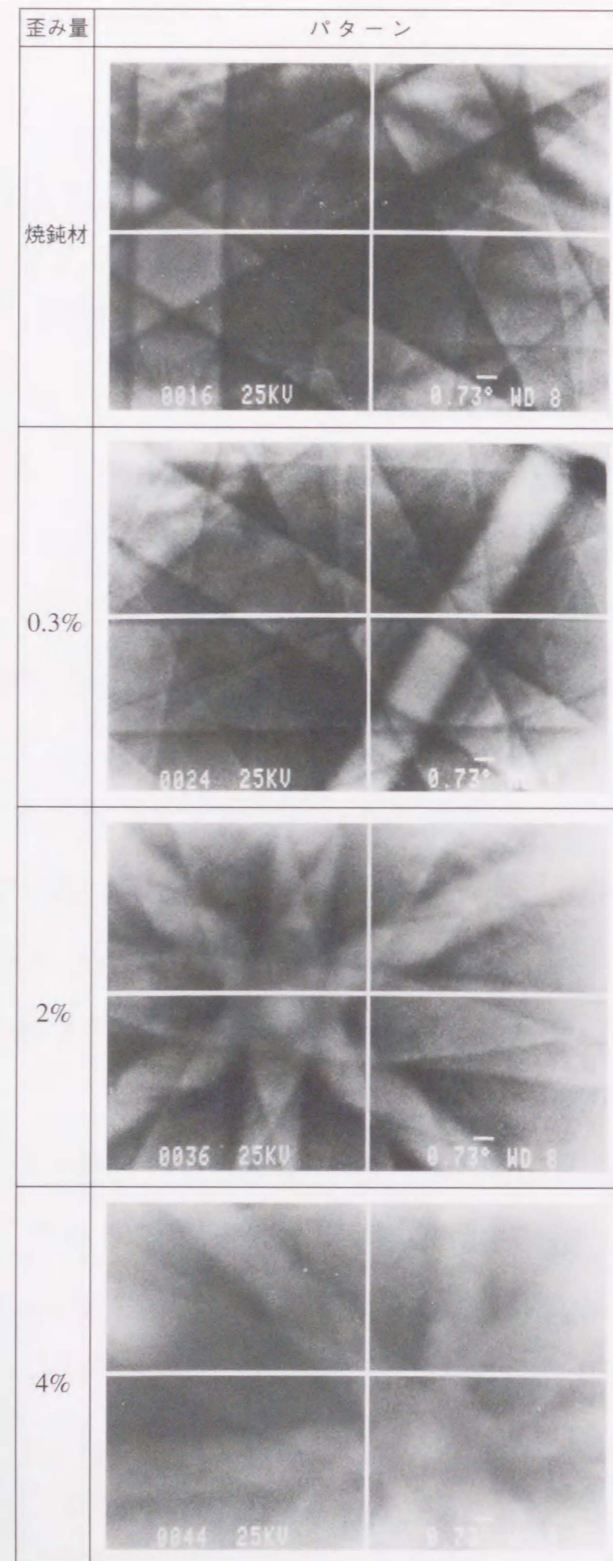


図 6-11 歪みによるECPパターンの鮮明度の変化

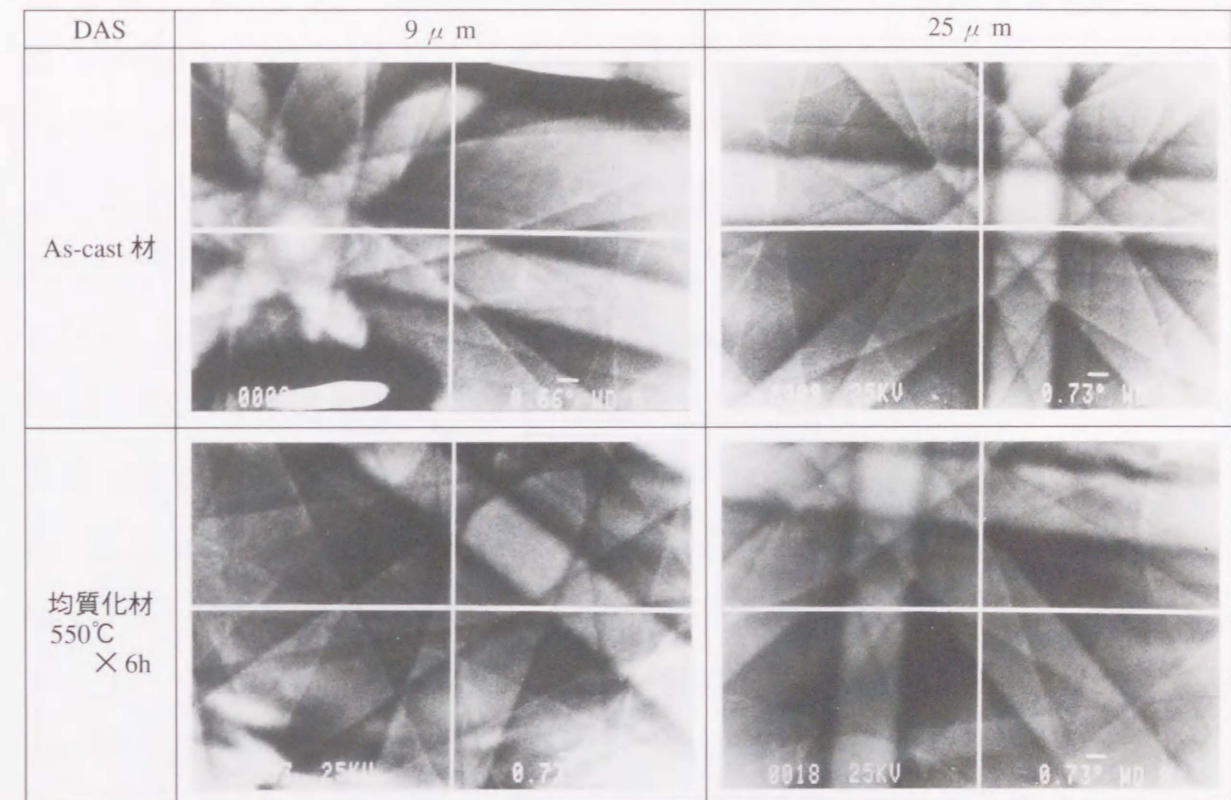


図 6-12 As-cast材と均質化材のECPパターン

に大きな差が生じている。故に、凝固時および冷却時に径方向にアンバランスな引張, 圧縮応力が生じているといわれている。この応力が大きくなると鋳塊割れが発生することもある。ところが、本鋳造法では第3章で示したごとく凝固界面形状がほぼ平坦で一方向凝固の形態を示しており、鋳塊径方向の温度には大きな差がなく冷却や凝固収縮によるひずみの導入はほとんどないと推定される。このことは、TEMおよびSEM-ECPにて本鋳造法の鋳塊に残留応力が認められなかった結果と一致する。

以上、導電率の測定結果, TEMによる組織観察およびSEM-ECPによるチャネリングパターンの観察結果から、均質化処理初期の引張特性の変化は内部ひずみの開放ではなく、鋳造凝固時に強制的に固溶した成分が析出したために発生したものと推定される。しかし、この結果は引張強度や0.2%耐力の挙動を説明できるが、伸びが均質化処理初期に低下するという現象を説明するには疑問があり、今後、析出などの詳細な組織調査が必要と考えられる。

6.4.2 破断形態に及ぼす均質化処理条件とDASの影響

図6-8に9 μ m材および25 μ m材のAs-castならびに500, 550, 570 $^{\circ}$ Cの6h処理材の破断面SEM像を示したが、破断面にはいずれも大きなディンプルとサブミクロンのマイクロディンプルが観察され、前章でも述べたとおりDASとディンプルの大きさがほぼ同じであった。また、このディンプルとマイクロディンプルの存在状態が均質化処理温度によって変化し、処理温度が低いとマイクロディンプルより大きなディンプルが多く、処理温度が高くなるとともにマクロディンプルが多くなっていることがわかった。一見、大きなディンプルが多い低温処理品が延性破壊の破断形態を示し、高温処理品は脆性破壊の破断形態を示しているように見え、均質化の進行との矛盾を感じる。そこで、破断面近傍のマイクロ組織を観察し、組織と破断面の形態の関係を調べてみた。

図6-13に各試料の破断部近傍の縦断面マイクロ組織を示す。図に示すごとく、As-cast材や500 $^{\circ}$ C-6h処理材では、結晶粒界やデンドライトアームに沿ってネットワーク状に晶出物が明瞭に存在し、割れが結晶粒界やデンドライトアームに沿って進んでいることが観察される。これがディンプルの大きさとDAS(もしくは晶出物の間隔)がいずれの試料においてもほぼ同程度の大きさになる原因と考えられる。一方、550 $^{\circ}$ C, 570 $^{\circ}$ Cと処理温度が上がるにつれて、晶出物の分断, 球状化が進み、結晶粒界やデンドライトアームが不明瞭になって、結晶粒界やデンドライトアームに沿った凹凸の破断形態になっていない。つまり、均質になった結晶粒内を割れが進行し、結果としてマイクロディンプルが形成されたものと考えられる。

以上の結果より、図6-7で示したようなDASの違いにより伸びに大きな差が生じるものの均質化処理が進むとその差が減少するという現象について考察すると、結晶粒界やデンドライトアーム間に晶出物が連なって存在し、結晶粒界やデンドライトアームが明瞭な組織、言い換えるなら均質化が十分に進行していない組織では結晶粒界やデンドライトアーム間に存在する晶出物に沿った破壊となって伸びが減少する。一方、均質化が進み晶出物が分断, 球状化して結晶粒界やデンドライトアームの境界が不明瞭な組織ではボイドや割れの発生源となる晶出物

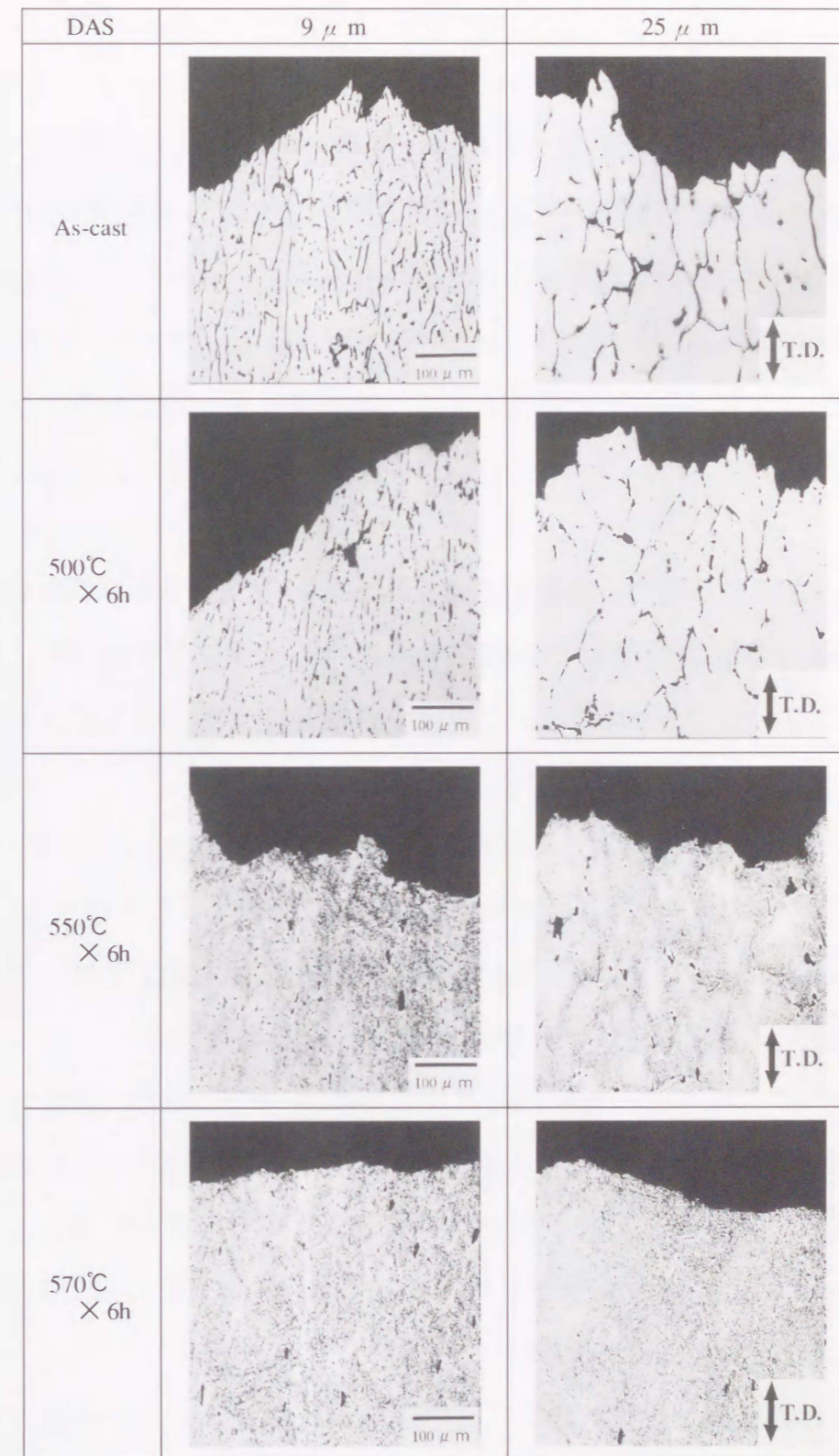


図 6-13 各均質化処理条件における引張破断面近傍の縦断面マイクロ組織

が連なっていないために、割れの伝播が抑制され、伸びが増加していくものと考えられる。

このことは、DASが大きい従来の鋳塊で十分な加工性を得るためには極力高温で長時間の均質化処理を必要とするが、本鋳造法で得られる鋳塊のようにDASが微細であると低温、短時間の均質化処理で十分な加工性が得られることを示している。つまり、本鋳造法で得られる鋳塊は、工業的に省エネルギーの観点からも非常に優れた加工用素材であるといえる。

6. 5 結言

断熱鋳型方式による豎型半連続鋳造法を用いて鋳造速度および微細化剤の添加量によりDASを単独に制御した6061アルミニウム合金鋳塊を作製し、均質化処理条件を変化させて引張試験を行った。その引張特性に及ぼす均質化処理とDASの影響を調べた結果、次のことが明らかとなった。

- (1) DASが小さいほど低温、短時間の均質化処理で結晶粒界やデンドライトアーム間に存在する晶出物が球状化し、かつ均一に分散する。
- (2) DASが大きい場合、高温で長時間の均質化処理を施さなければ晶出物の分断、球状化が進まず、均質な組織が得られない。
- (3) DASの大小による伸びの差はAs-cast段階で既に存在するが、高温で均質化処理を施すとその差が減少する。これは晶出物の分散状態と密接に関係し、比較的晶出物が大きい組織でも十分な均質化処理によって晶出物が球状化、均一分散するとボイドの発生や割れの伝播が抑制されて、伸びが増加するためと考えられる。
- (4) As-cast材を均質化処理すると処理初期に引張強度、0.2%耐力および伸びが低下し、処理時間が長くなると伸びは回復するが、引張強度、0.2%耐力は低下したまま一定となる。引張強度および0.2%耐力が低下するのは、鋳造凝固時に母相に強制固溶した溶質成分が析出するためと考えられる。また、伸びが回復する現象は晶出物の分断、球状化および均一

分散化によるものであるが、均質化処理初期に低下する原因は今のところ不明である。

本研究で開発した断熱鋳型方式による豎型半連続鋳造法には組織が微細になる、特にDASが微細になる特徴がある。これは、DASが微細になれば低温、短時間の均質化処理で均一な組織が得られ、かつ冷間加工時の加工性の評価項目である伸びや絞りが大きくなるという研究結果から考えて、本鋳造法で得られる鋳塊は加工性に優れ、かつ省エネルギーという品質的、工業的に重要かつ優位な特徴を持つことを示している。

第7章 総括および将来への展望

7. 1 総括

今日、省資源、省エネルギーの観点からアルミニウムの特性が注目され、その生産、消費量が急激に増大している。その需要の増大とともに製品の製造コスト低減や品質改良、あるいは新しい機能を有した合金開発などに対する要求が日増しに強くなっている。アルミニウム製品の生産量の約70%が圧延や押出、鍛造といった塑性加工によって生産されているが、その素材は大部分が各種連続鋳造法によって製造されており、その鋳塊の“生まれ”が後々の製品の製造コストや品質に大きな影響を及ぼしていることが多い。

連続鋳造法は1930年代に工業化された後、数々の改良によって発展してきた。これらの改良の目的は鋳塊品質の向上や生産コストの低減であるが、特に溶湯を冷却して凝固させる際に発生する種々の欠陥の発生防止が主な目的となっている。基本的に、連続鋳造法は鋳型で1次冷却を行って鋳塊の形状を形成し、冷却水による2次冷却によって冷却する構造となっており、この二重の冷却構造が種々の欠陥を発生させている。この問題を解決する技術として気体加圧式ホットトップ鋳造法や電磁鋳造法、OCCプロセスなどが開発され実用化されているが、それぞれの鋳造法には一長一短があり、利用分野にあった使い分けがされている。特に、これらの鋳造法は設備コストや操業コストが高いとか制御技術が高度であるといった問題点を持っている。

そこで、本研究では従来法の問題点である冷却の二重構造を解消し、かつ設備、操業コストの低減、制御技術の単純化を目標に断熱鋳型方式の新しい堅型半連続鋳造法の基礎開発を行った。研究目的としては、第一に押出、鍛造用素材の新鋳造システムの工業的生産基礎技術を確立し、第二にその鋳造システムで得られる鋳塊の特性、品質を確認することとした。そのため、直径50mmの鋳塊を鋳造できる小型実験鋳造装置を試作して各種実験を行った結果、表面が滑らかでか

つ組織的に微細、均一な鋳塊の製造基礎条件を確立し、その鋳塊の特性も明らかにすることができた。

それでは、ここで各章の結論を中心にまとめ、本論文全体の総括を述べる。

第1章序論においては、先ず、アルミニウムの歴史的発展および我が国におけるアルミニウム産業史を述べた上で、加工用素材の製造法である連続鋳造技術の重要性を示した。次に、その連続鋳造法の概要と技術的発展および従来の研究について述べ、主流技術である堅型半連続鋳造法の構造的な問題点を明らかにして、本研究の目的、目標および構成について述べた。

第2章では、考案した断熱構造の鋳型を用いた堅型半連続鋳造法の基本的諸特性について調べた結果を述べた。直径約50mmの鋳塊を鋳造できる小型実験鋳造装置を試作して、工業用6063アルミニウム合金を用いて鋳造実験を行い、得られた鋳塊の外観、直径の変化および鋳塊内部の組織、成分偏析の状態を調べて次の結果を得た。

- 2-1) 本鋳造法では特定鋳造条件下で表面が非常に平滑な鋳塊が得られる。
- 2-2) 鋳造条件と鋳塊表面状態および鋳塊径の関係から、特定鋳造条件下で鋳塊表面が平滑になるのは、凝固界面が鋳型下端からはみ出し、鋳型と無接触の状態での凝固が進行するためと推定される。
- 2-3) 鋳型と無接触状態で凝固していると推定される領域ではマイクロ組織が微細、均一で偏析もない均質な鋳塊が得られる。
- 2-4) 鋳造速度の増加とともに冷却速度が大きくなり、DASが微細化した。そのDASと冷却速度の関係を解析したところ、鋳型内で凝固する状態では従来から報告されている関係式と一致するが、鋳型と無接触で凝固していると推定される領域以降の高速鋳造側では従来関係式では説明できないDASが急激に小さくなる特異な現象があることがわかった。このことは、本鋳造法が加工性に大きく影響するとされ

る DAS の微細化に有効であり、高品質、高加工性の鋳塊が得られる
鋳造法として大いに期待されるものと考ええる。

第3章では、前章で得られた本鋳造法の特徴、すなわち特定条件下で鋳塊表面が非常に滑らかになる現象の原因を実験的に解析し、本鋳造法における凝固状態を明らかにしてその凝固モデルを提唱するとともに、各鋳造条件因子の影響についても明らかにした。実験では凝固界面の形状や位置が解析しやすいように固液共存領域がほとんどない99.9%アルミニウムを用いて鋳造実験を行い、鋳塊の表面状態や直径の変化および凝固界面の形状や鋳塊表面凝固部の位置を詳細に調べ、次のような結果を得た。

3-1) 本鋳造法は鋳造速度が増加すると鋳塊表面が擦り傷のある状態、平滑な鏡面状態、凹凸の激しい状態と大きく変化するとともに、鋳塊径も大きく変化する特性がある。

3-2) 本鋳造法には次の3タイプの凝固状態があり、その凝固状態によって鋳塊の表面状態および直径が決まる。

a) 鋳造速度 210mm/min 未満の低速領域では、鋳塊表面凝固部が鋳型内にあり鋳型との接触によって鋳塊が形成される。この凝固状態では鋳型との接触により鋳塊表面に擦り傷が生成し、鋳型内壁がテーパ状になっているため、鋳塊表面凝固部の位置が変化すると鋳塊の直径も変化する。

b) 鋳造速度 210mm/min では鋳塊表面凝固部が鋳型下端よりはみ出し、溶湯の表面張力と静水圧のバランスが保たれた状態で鋳型と無接触で鋳塊が形成されるため鋳塊表面が平滑な鏡面状態になる。

c) 鋳造速度が 210mm/min を越えると鋳型下端からはみ出した溶湯の表面張力と静水圧のバランスが崩れてブレイクアウトし、冷却水ジャケットの内壁と接触して鋳塊が形成される。そのため、鋳塊は凹凸の激しい表面となり、かつ鋳塊径が冷却水ジャケット内

径まで急激に大きくなる。

また、鋳造温度、冷却水量、冷却水温、ピット水位などの鋳造因子を変化させた実験を行い、凝固界面の挙動への影響を調べた結果、次のことがわかった。

3-3) 鋳造温度の影響が大きく、鋳造温度が低くなると凝固界面が上昇し、高くなると降下する。故に、鋳造温度を低くすることにより無接触鋳造になる鋳造速度を速くすることができる。

3-4) 冷却水量、水温、ピット水位の冷却系の因子の影響は小さい。

本研究では固液共存領域がほとんどない99.9%アルミニウムを用いて、特定条件下で鋳塊表面凝固部が鋳型下端からはみ出すことを証明したが、固液共存領域が広い各種合金においても鋳型下端における溶湯の張り出しのバランスが保てる条件さえ得られれば適応可能であると考えており、本鋳造法は今後の応用が期待される新しい鋳造法であるといえる。

第4章では、鋳塊の組織学的因子のうち最も重要と考えられる結晶粒径と DAS に注目し、本鋳造法における両因子に及ぼす鋳造速度と結晶微細化剤の影響について調べた結果を述べている。実験は工業用 6061 アルミニウム合金を用い、鋳造温度や冷却条件を一定として鋳造速度と微細化剤である Al-5%Ti-1%B の添加量を変化させて行った。その結果、次のことが明らかとなった。

4-1) 結晶粒径は鋳造速度が速くかつ微細化剤の添加量が多いほど細くなるが、鋳造速度およびチタン量がある領域に達するとそれ以上微細化しなくなる。

4-2) DAS は微細化剤の添加量には影響されず、鋳造速度が速くなると細くなる。

4-3) 結晶粒径に及ぼす鋳造速度と微細化剤添加量の影響、および DAS に及ぼす鋳造速度の影響を明らかにすることにより、鋳造速度と微細化剤添加量を適切に調節することで、限られた範囲ではあるが結晶粒径と DAS を分離して単独に制御し、任意の組織を持つ鋳塊を得ることが可能となった。

第5章では、前章で得られた結晶粒径とDASの制御方法を利用し、加工性に及ぼす結晶粒径とDASの影響について引張試験を行って評価した結果を述べている。実験は前章と同じ工業用6061アルミニウム合金を用い、結晶粒径とDASを任意に制御した鋳塊を作製して均質化処理を施した鋳塊の引張試験を行った。引張強さ、0.2%耐力、伸びおよび絞りの引張特性に及ぼす結晶粒径とDASの影響を調べ、破断面の組織観察やEDS分析も行った結果、次のことが明らかとなった。

- 5-1) 結晶粒径が小さくなると引張強さ、0.2%耐力、伸びおよび絞りがわずかに大きくなる程度で、引張特性に及ぼす結晶粒径の影響は小さい。
- 5-2) DASが小さくなると引張強さ、0.2%耐力はほとんど変わらないが、伸び、絞りが大きくなる。
- 5-3) 結晶粒径と0.2%耐力の間にはHall-Petchの関係が明確に認められたが、DASと0.2%耐力の間には認められなかった。
- 5-4) 組織や破断面の観察から、DASが小さくなると伸びが大きくなる原因として、DASによる晶出物の分散状態が大きく影響している可能性があると考えられる。つまり、DASが小さいと晶出物が小さくかつ均一に分散し、破壊時の粒子近傍におけるボイドの生成および割れの伝播を抑制することによって伸びが大きくなるものと推定される。

第6章では、前章でDASが小さいほど伸びや絞りが大きくなる原因として推測した晶出物など第2相粒子の分散状態に大きく影響する均質化処理条件を取り上げ、DASを単独に制御した鋳塊に各種条件の均質化処理を施し、その条件とDASの引張特性に及ぼす影響について調べた結果を述べている。実験は第4、5章と同じ工業用6061アルミニウム合金を用い、DASを任意に制御した鋳塊を作製して、処理温度および時間を変化させた均質化処理を施して組織観察を行った。さらに、引張試験を行って引張特性、特に伸びに及ぼす均質化処理条件やDASの影響を調べた。また、破断面の組織観察やその近傍のマイクロ組織を観察した結果、次のことが明らかとなった。

- 6-1) DASが小さいほど低温、短時間の均質化処理で結晶粒界やデンドライトアーム間に存在する晶出物が球状化し、かつ均一に分散する。
- 6-2) DASが大きい場合、高温で長時間の均質化処理を行わないと晶出物の分断、球状化が進まず、均質な組織が得られない。
- 6-3) DASの大小による伸びの差はAs-cast段階で既に存在するが、高温均質化処理を施すとその差が減少する。これは晶出物など第2相粒子の分散状態と密接に関係し、比較的晶出物が大きい組織でも十分な均質化処理によって晶出物が球状化、均一分散するとボイドの発生や割れの伝播が抑制されて、伸びが増加するためと考えられる。
- 6-4) As-cast材に均質化処理を施すと処理初期に引張強度、0.2%耐力および伸びがともに低下し、処理時間が長くなると伸びは回復するものの、引張強度、0.2%耐力は低下したまま一定となる。引張強度および0.2%耐力が低下するのは、鋳造凝固時に母相に強制固溶した溶質成分が析出するためと考えられる。また、伸びが回復する現象は晶出物の分断、球状化および均一分散化によるものであるが、均質化処理初期に低下する原因は今のところ不明である。

全体の結論として、本研究で開発した断熱鋳型方式による型半連続鋳造法には次の特徴があることが明らかとなった。

- a) 構造が単純で、鋳造コントロールが容易である。
- b) 表面が非常に平滑な鋳塊が得られる。
- c) 組織が微細、均一でかつ偏析も少ない鋳塊が得られる。
- d) 鋳塊の組織コントロールが容易である。
- e) 低温、短時間の処理で組織が均質化する鋳塊が得られる。
- f) 伸びが大きく、加工性が高い鋳塊が得られる。

これらの特徴は高度化する品質要求に十分対応できる鋳塊を製造できる画期的な鋳造法であると考えており、かつ均質化処理の簡素化、優れた加工性という面で省資源、省エネルギーという工業的に非常に重要な特徴を持つものと思われる。

しかし、一方で、断熱鋳型を用いることによって鋳型内で鋳塊表面を形成する凝固殻が生成しないため、鋳造速度を高速化すると溶湯が鋳型から容易にブレイクアウトしてしまうという問題を持っている。このことは鋳造速度に限界があることを示しており、生産性の面で問題を提起している。この点に関しては今後更なる研究、改良が必要であろう。

7. 2 将来への展望

本研究によって開発された断熱鋳型方式縦型半連続鋳造法は、総括で述べたごとく品質的に非常に優れた鋳塊を製造する方法として画期的な鋳造プロセスであると考えている。しかし、本鋳造法はラボ実験の領域を踏み出したばかりのレベルであり、早急に工業化を図る研究を進めなければならない。現在、**図7-1**に示すような長さ6mまで鋳造可能な12連の中規模実験装置を試作し、本研究での基礎データを基に実用化研究を進めているところである。現段階では1000系アルミニウムや6000系アルミニウム合金で実用化研究を進めており、**図7-2**に示すような試作品を得るまでになっている。しかし、スケール拡大することによりラボ実験では確認できなかった問題点も発生しており、実用化するためには今後さらに検討していかなければならない点が多い。

現在の実用化の当面のターゲットは、本研究で明らかになった冷間での優れた加工性を有効に利用できる鍛造用素材に置いている。ニーズ的には鋳塊サイズが直径30~75mmが多く、本研究で進めてきた直径50mmでの水平展開で対応可能と考えている。合金種をみても、6061アルミニウム合金の需要が多く、その他6063, 5052, 2024, 7003アルミニウム合金等があり、小型実験鋳造装置における

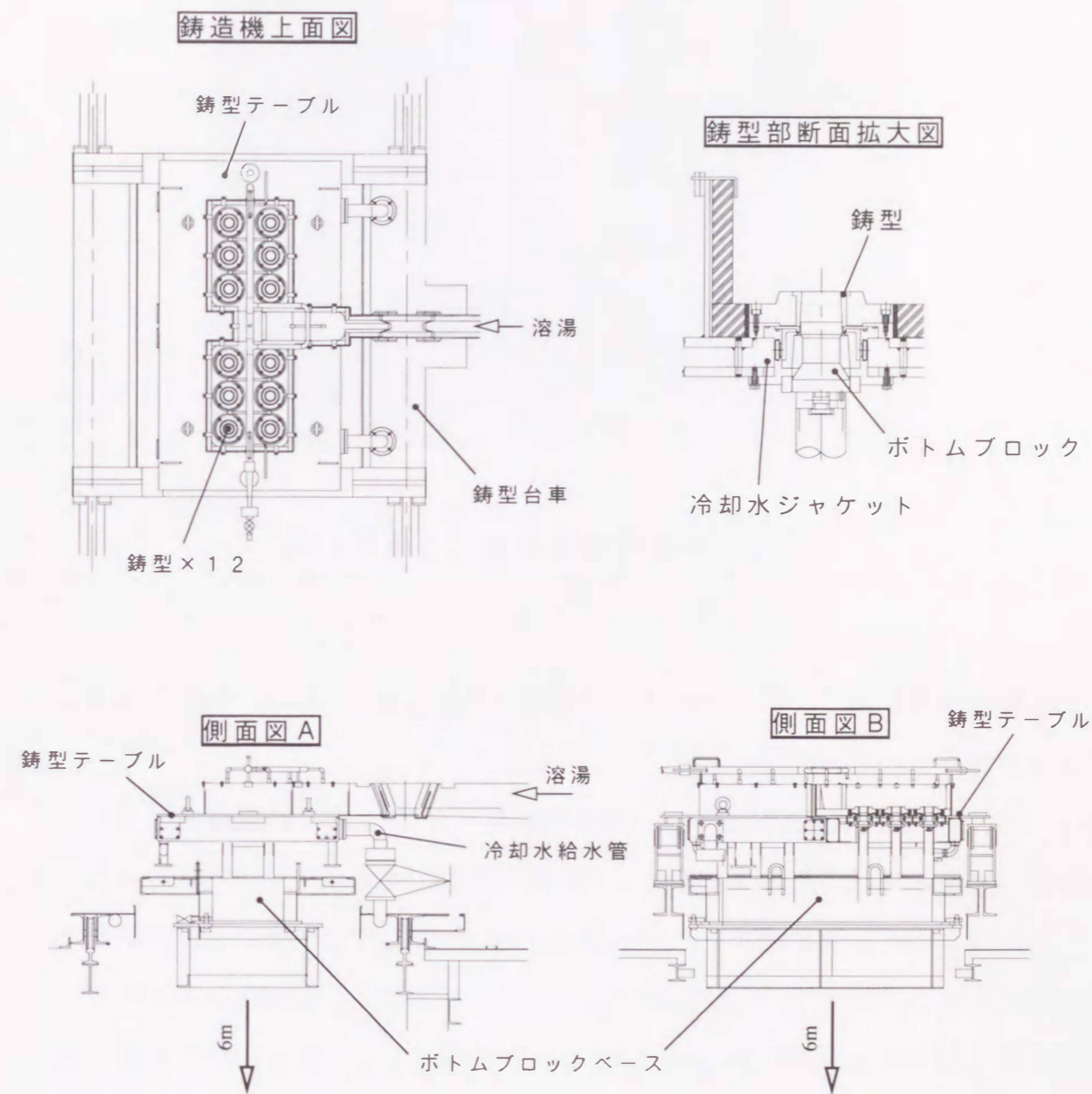


図 7-1 12連中規模実験鋳造機

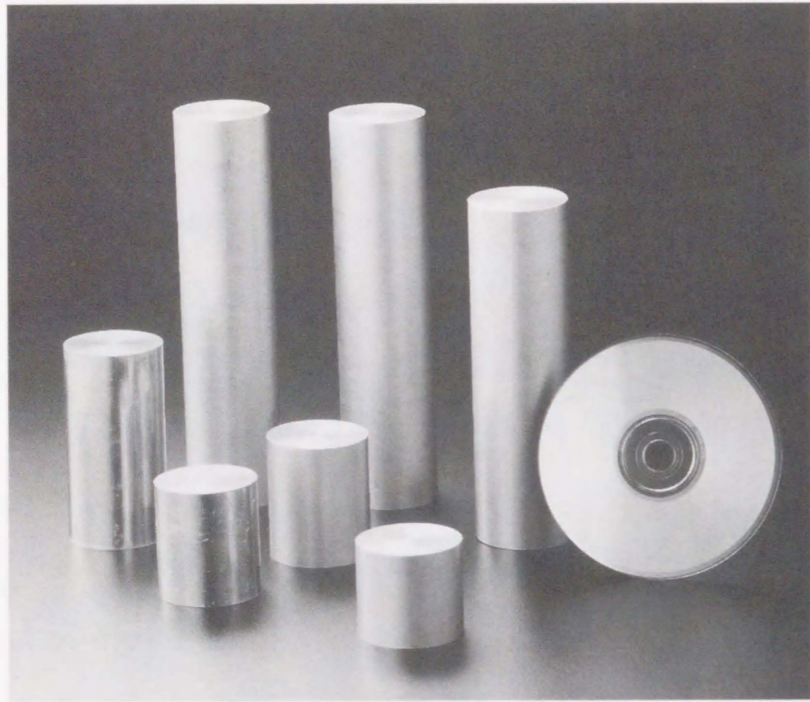


図 7-2 中規模実験装置による試作品

予備実験で既に鑄造可能であることが確認されていることから、実用化は可能であると考えている。

さらに将来への展望としては、押出用素材としてサイズの大型化を行うことや、本鑄造法の凝固界面が水平で一方向凝固形態であることを利用し、一方向単一組織や全羽毛状晶組織などの特殊組織を得て、品質的に特徴のある鑄塊の検討も進めたいと考えている。本論文では触れなかったが、小型実験鑄造装置では結晶微細化剤を添加しないと、全面柱状晶や全面羽毛状晶の鑄塊が得られることを確認済みであり、今後検討を加えたい。また、鑄型内の溶湯を攪拌することにより、昨今話題となっている半凝固鑄塊の作製に関しても装置的には十分に対応できるものと考えており、将来的には検討を加えたいと考えている。いずれにせよ、単に溶湯を固めて鑄塊を得ている現在の連続鑄造法を一步技術的に前進させ、本鑄造法を基礎としてより高品質でより付加価値の高い鑄塊、さらには特性に特徴のある機能性材料を得る方向で研究を進めていきたいと考えている。

参 考 文 献

- 1) アルミニウム連盟編：軽金属工業統計年報 95
- 2) H. Bessemer : Stahl und Eisen , 11 (1891) , 921.
- 3) D. Altenpohl :
Aluminium und Aluminium-Legierungen, Springer-Verlag , (1965) , 117.
- 4) 松尾：軽金属学会第 19 回シンポジウム, (1981) , 53.
- 5) 小菅, 水上：軽金属, 25 (1975) , 207.
- 6) G. Siebel , D. Altenpohl and M. Cohen : Z. Metallknde , 44 (1953).
- 7) K. Buxmann : Light Metals , Trans. AIME , (1878) , 313.
- 8) 古屋, 松尾：軽金属学会第 60 回春期大会講演概要, (1981) , 95.
- 9) D. Altenpohl :
Aluminium und Aluminium-Legierungen , Springer-Verlag , (1965) , 144.
- 10) 三田村：軽金属, 30 (1980) , 227.
- 11) 軽金属学会編：研究部会報告No 6, (1981) , 20.
- 12) W. J. Bergmann : Metall. Trans. AIME , (1979) , 671.
- 13) W. J. Bergmann : Z. Metallknde , 64 (1973) , 536.
- 14) M. Leoni , A. Alti and G. Fortina : Alumino , 43 (1974) , 160.
- 15) 軽金属学会編：研究部会報告No 6 , (1981) , 8.
- 16) D. A. Bennett and A. P. Tichener : Light Metals. Trans. AIME , (1979) , 683.
- 17) W. J. Bergmann : Metall. Trans. AIME , (1970) , 3361.
- 18) 友広, 高橋, 三田村：軽金属, 35 (1985) , 112.
- 19) J. P. Faunce , F. E. Wagstaff and H. Shaw :
Light Metals. Trans. AIME , (1984) , 1145.
- 20) K. Buxmann , J-J. Theler and M. Bolliger :
ALUMINIUM TECHNOLOGY '86 , (1986) , 157.
- 21) W. Schneider and E. Lossack : Light Metals. Trans. AIME , (1987) , 763.
- 22) J. M. Ekenes and F. E. Wagstaff : Light Metals. Trans. AIME , (1987) , 785.

- 23) M. Furuya and M. Matsuo :
SCIENCE AND ENGINEERING OF LIGHT METALS RASELM '91, (1991) ,
1065.
- 24) 特公昭 46-37267.
- 25) V. I. Dobatkin and G. A. Balakhontsev : NTIS Report , AD759230 (in Eng.) 1973.
- 26) D. G. Goodrich and J. L. Dassel : Light Metals. Trans. AIME , (1982) , 781.
- 27) H. A. Mayer , G. B. Leconte and A. M. Odok :
Light Metals. Trans. AIME , (1977) , 223.
- 28) 杉崎, 青山：軽金属学会第 10 回シンポジウム, (1977) , 44.
- 29) J. C. Olive and J. L. Kirby : Light Metals TMS , (1992) , 863.
- 30) 大園, 林, 長江：アルトピア, 19 No 4 (1989) , 9.
- 31) 和田, 黒沢, 古井, 小島, 松尾：軽金属, 43 (1993) , 588.
- 32) R. B. Powers : Light Metal Age , 33-12 (1975) , 5.
- 33) H. S. Spaulding : Light Metal Age , 33-12 (1975) , 8.
- 34) R. L. Race : Light Metal Age , 33-12 (1975) , 14.
- 35) F. L. Wueting : Light Metal Age , 33-12 (1975) , 23.
- 36) 伊東, 長谷川, 内藤：Al-ある, 2 (1978) , 13.
- 37) 広渡, 榊原, 広田：軽金属学会第 19 回シンポジウム, (1981) , 19.
- 38) 新瀬, 大島, 永井, 田中：アルトピア, 20 No 10 (1990) , 9.
- 39) Y. Ishii : Light Metals TMS , (1989) , 676.
- 40) E. F. Emly : International Metals Reviews : 1976 , June , 75.
- 41) 山下, 池野, 穴田, 多々, 室町：軽金属, 32 (1982) , 76.
- 42) S. Ikeno, T. Yamashita, H. Anada, S. Tada and S. Muromachi :
Aluminium , 58 (1982) , 675.
- 43) C. J. Perty and S. W. Platik : Light Metals 1982 at AIME meeting , (1982) , 837.
- 44) D. Read von Gal : Light Metal Age , Nos , 3 , 4 Vol.47 (1989) , 10.
- 45) R. J. Dean : ALUMINIUM TECHNOLOGY '86 , (1986) , 164.
- 46) P. Y. Crouzet : Light Metal Age , 10 (1975) , 17.

- 47) M. Odak and Gyongyos : Light Metal Age , 10 (1975) , 28.
- 48) 軽金属学会編 : 研究部会報告書No.6 , (1981) , 17.
- 49) 佐藤, 花木 : 軽金属学会第19回シンポジウム, (1981) , 39.
- 50) 花木, 菅原, 作田 : アルトピア, 23 No.11 (1993) , 49.
- 51) 大野 : 日本金属学会会報, 23 (1984) , 773.
- 52) 山下, 穴田, 梶田, 多々, 中平 :
軽金属学会第87回秋期大会講演概要, (1994) , 149.
- 53) T. Yamashita, K. Kajita, H. Anada, S. Ikeno, S. Tada, K. Nakahira :
International Journal of Cast Metals Research, 9 (1996) , 241.
- 54) 山下, 穴田, 近藤, 渡辺, 多々, 中平 :
軽金属学会第88回春期大会講演概要, (1995) , 165.
- 55) 山下, 渡辺, 近藤, 穴田, 池野, 多々, 中平 : 軽金属, 46 (1996) , 494.
- 56) 山下, 渡辺, 穴田, 池野, 中平 :
軽金属学会第89回秋期大会講演概要, (1995) , 5.
- 57) 山下, 中平, 渡辺, 穴田, 松田, 池野 :
軽金属第90回春期大会講演概要, (1996) , 163.
- 58) 山下, 中平, 渡辺, 穴田, 松田, 池野 :
軽金属第91回秋期大会講演概要, (1996) , 127.
- 59) 山下, 渡辺, 中平, 松田, 穴田, 池野 : 軽金属, 47 (1997) , 98.
- 60) 松尾 : 軽金属, 44 (1994) , 510.
- 61) 軽金属学会 鑄造凝固部会 : 軽金属, 38 (1988) , 54.
- 62) 軽金属学会 研究部会報告書No.20 , (1988)
- 63) 本村, 関口 : 軽金属, 41 (1991) , 77.
- 64) 尹, 西 : 軽金属, 29 (1979) , 159.
- 65) 堀内, 金子 : 日本金属学会誌, 35 (1971) , 156.
- 66) T. Okamoto and K. Kishitake : J. Crystal Growth, 29 (1975) , 137.
- 67) 岡本 : 日本金属学会会報, 17 (1978) , 731.
- 68) R. E. Spear and G. R. Gardner : Modern Castings, 43 (1963) , 209.

- 69) H. Matyza, B. C. Giessen and N. J. Grant : J. Inst. Metals, 96 (1968) , 30.
- 70) T. F. Bower, H. D. Brody and M. C. Flemings :
Trans. Met. Soc. AIME, 236 (1966) , 624.
- 71) 市川, 大橋, 池田 : 日本金属学会誌, 34 (1970) , 929.
- 72) H. Ahlborn and D. Merz : Aluminium, 47 (1971) , 671.
- 73) 三木, 小菅, 長浜 : 軽金属, 25 (1975) , 1.
- 74) 山田, 伊藤, 鶴飼 : 軽金属, 23 (1973) , 535.
- 75) 永田, 和泉 : 軽金属, 21 (1971) , 826.
- 76) C. S. Brooks, F. D. Lemkey and G. S. Solden :
Rapidly Solidified Amorphous and Crystalline Alloys, Elsevier Science Pub., (1982)
, 397.
- 77) N. J. Grant : J. Metals, (1985) , 20.
- 78) 山内, 川元, 大中, 福迫 : 日本金属学会誌, 47 (1983) , 1016.
- 79) T. Z. Kattamis, J. C. Coughlin and M. C. Flemings :
Trans. Metall. Soc. AIME, 239 (1967) , 1504.
- 80) F. Cabchoub, S. A. Argyropoulos and J. Mostaghimi :
Canadian Metall. Quarterly CIMM, 33 (1994) , 73.
- 81) 西 : 軽金属シンポジウム, (1973) , 1.
- 82) 軽金属学会 研究部会報告書No.6 , (1981) , 19.
- 83) 日本金属学会 講座・現代の金属学 材料編 編集委員会 :
“鑄造凝固”, (1992) , 63.
- 84) A. Cibula : J. Institute of Metals, 80 (1950-51) , 1319.
- 85) S. E. Naess : Z. Metallkunde, 69 (1978) , 33.
- 86) R. M. Kotschi and C. R. Loper, Jr :
Trans American Foundrymen's Soc., 85 (1978) , 425.
- 87) A. Marcantonio and L. F. Mondolfo : Met. Trans., 2 (1971) , 465.
- 88) 筑田 : R&D, 22 (1972) , 104.
- 89) G. P. Jones : Int. Seminar Trodheim Norway, (1985)

- 90) D. G. McCartney : International Material Review, 34 (1989) , 247.
- 91) L. Backerud and Shao Yidong : Aluminium, 67 (1991) , 780.
- 92) L. Backerud, P. Gustafson and M. Johnsson : Aluminium, 67 (1991) , 910.
- 93) S. R. Thistlethwaite and P. Fisher :
4th Australasian Asian Pacific Course and Conference, (1995)
- 94) F. R. Mollard, W. G. Lidman and J. C. Bailey : Light Metals, (1987) , 749.
- 95) M. Johnsson : Light Metals, (1992) , 769.
- 96) N.J.Petch : Phil. Mag., 3 (1958) , 1089.
- 97) 池野, 福持, 上谷, 多々 : 軽金属, 36 (1986) , 429.
- 98) 北岡, 藤倉, 神尾 : 軽金属, 38 (1988) , 426.
- 99) 熊井, 胡, 石倉, 肥後, 布村 : 軽金属, 44 (1994) , 222.
- 100) 佐野, 安保, 佐藤 : 住友軽金属技報, 36 (1995) , 99.
- 101) S. Zajac, L. Gullman, A. Johansson and B. Bengtsson :
Proc. 5th Inter. Conf. on Aluminium Alloys, Their Physical and Mechanical Properties, (1996) , 1193.
- 102) 巨, 井上, 吉原 : 日本機械学会論文集 (A編), 55 , 513 (1989) , 1236.
- 103) H. Fjar and A. Mo : Light Metals, (1990) , 945.

謝 辞

本研究の遂行ならびに本論文の作成にあたり、終始御懇切な御指導、御鞭撻をいただきました富山大学工学部池野進教授に、心から深くお礼申し上げます。また、本論文作成にあたり、有益な御討論と御助言を賜りました富山大学工学部宮下尚教授、森克徳教授、塩沢和章教授に深く感謝いたします。さらに、新設された博士後期課程への入学を勧めていただき、入学後も有益な御教示をいただきました富山大学名誉教授・富山職業能力開発短期大学校多々静夫校長に深く感謝いたします。また、研究の遂行にあたり有益な御助言をいただきました富山大学工学部穴田博助教授、品川不二雄講師、松田健二助手、高山藤一郎（前）助手ならびに富山県立大学総合研究所上谷保裕助教授に心より感謝いたします。

また、日頃より実験の計画、実行にあたり御協力をいただきました、卒業生梶田浩二君および近藤芳弘君、大学院生渡辺亨君および木下勝弘君、ならびに物質工学科材料物性工学 I 講座の卒業生、在校生の皆様心より感謝いたします。

一方、会社（富山合金株式会社）において、深い御理解と御指導を賜りました、荒井久夫代表取締役社長、沖田敏雄代表取締役専務取締役、中平昊常務取締役および池田安治技術部長に深く感謝いたします。また、本研究の遂行ならびに実用化研究を進めるにあたり、大きな協力をいただきました技術部技術課の皆様心より感謝いたします。

他大勢の方々にも、御理解と直接間接の御支援、御協力をいただきましたことを心から厚く感謝申し上げます。

