HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	鋳塊の健全性を規定する給湯制約凝固区間について
Author(s)	高橋, 忠義; 大島, 聡範; 李, 万林
Citation	北海道大學工學部研究報告, 110, 61-68
Issue Date	1982-09-20
Doc URL	http://hdl.handle.net/2115/41739
Type	bulletin (article)
File Information	110_61-68.pdf

Instructions for use

Hokkaido University Collection of Scholarly and Academic Papers : HUSCAP

北海道大学工学部研究報告
第110号（昭和57年）

Bulletin of the Faculty of Engineering,
Hokkaido University, No. 110 (1982)

鋳塊の健全性を規定する給湯制約凝固区間について

高 橋 忠 義　大 島 聡 範*　李　万　林**

（昭和57年6月15日受理）

On the Restricted Feeding Solidification Zone to Dominate the Soundness of Ingots

Tadayoshi TAKAHASHI, Toshinori OHSHIMA, and LI WANLIN

(Received June 15, 1982)

Abstract

The study was made to elucidate the actual function of feeding in the process of solidification.

An Al-3 mass % Si alloy melted in a graphite crucible was cooled continuously to the temperature corresponding to certain fraction of solid and subsequently, it was quenched after 5 min holding at this temperature.

The soundness of an ingot was examined by density measurement, tensile testing and SEM micro-fractographic observation.

Results obtained were as follows.

In the process of ingot solidification, feedability varied in three steps as the fraction of the solid was increased.

This clarifies the existance of three kinds of solidification zones, ie, effective feeding solidification zone, restricted feeding solidification zone and ineffective feeding solidification zone.

In the restricted feeding solidification zone, the soundness of ingot deteriorated since the feedability was decreased with an increase in the fraction of solid.

1. 緒　　言

金属の凝固過程において発生するマクロおよびミクロ的気孔欠陥は，材料の基本的特性を左右するもので，その後の塑性加工工程において改善される場合もあるが，多くは最終製品に至るまで，その影響を及ぼしている。これらの欠陥のほとんどは，凝固過程で給湯性が制約されることによって生ずるものであるから，鋳塊の健全性を高める方法を考える上では，鋳塊の凝固過程における給湯性の実体を，実験的に把握しておかなければならない。

本研究では，Al-Si 合金の小型鋳塊について，完全液相状態より所定の固相率に対応する温度ま

金属工学科　金属工学第三講座
*　苫小牧工業高等専門学校
**　工学部研究生（北京鋼鉄学院より留学）

で連続冷却し，その温度で一定時間保持したのち急冷し，その間に発生する気孔欠陥を密度の変化としてとらえ，凝固過程における固相率の増加にともなう給湯性の変化と，給湯が不可能になる固相率を明らかにした。さらに密度より気孔率を求め，また一方，引張り破断面上に現われたデンドライト間分離破面率を測定して，この面からも給湯性の制約を評価し，あわせて機械的性質との関係を検討した。

2. 実 験 方 法

電気抵抗炉で溶解し，1073 K に保持した Al-3 mass % Si 合金溶湯を，外径 35 mm，内径 25 mm，高さ 70 mm の黒鉛ルツボに約 7×10^{-2}kg 直接に汲みとり，種々の冷却速度で室温まで鋳型側面からの噴射水冷によって連続冷却した場合と，一定固相率に対応する温度まで連続冷却し，その温度で 300 s 保持したのち急冷した場合とについて行なった。後者の実験では冷却開始前の溶湯に対して，脱ガス処理したものとしないものの両者について行なった。冷却方法は Fig. 1 に示す。

さらに 40%以上の固相率段階における給湯性を把握するための実験も行なった。その方法は，Fig. 2 に示す。外径 7 mm の石英管を鋳型の中心に保持し，封じた先端が鋳型底面から 40 mm の位置となるようセットする。注湯後，各固相率段階で 300 s 保持したのち，石英管を引き上げて鋳塊内部に円柱状の空間を形成し，その中に，外径 6 mm の石英管内に保持し，そのときの周囲の固相率に対応する温度と濃度を有する液相 2 g を，グラスウールを介して空間内に圧入したのち，すみやかに急冷を行なった。

密度測定は，鋳塊底部より 40 mm の高さで切断した直径 25 mm の円柱状試料について，天秤法で行ない，次の式を用いた。[1]

$$\rho=\left\{\rho_A+\frac{M_A}{M_A-M_W}(\rho_W-\rho_A)\right\}\left\{1+\beta(T_W-293)\right\}$$

ここで，

ρ：試料の密度(kg/m^3)　ρ_A：空気の密度，(293 k で 0.0012 Mg/m^3)　ρ_W：水の密度 (293 k で 0.982 Mg/m^3)　M_A：空気中での試料重量(kg)　M_W：水中での試料重量(kg)　β：体積膨張率 (1/K)　T_W：水温 (K)

密度測定を行なった試料は中心軸に沿って縦に 2 分割し，機械加工によって Fig. 3 に示すようにカマボコ型の両側面に U 字型の切欠を持った引張試験片を作成した。試験片の形状が特殊であるのは次の理由による。(1)鋳塊内の温度勾配をできるだけ小さくして冷却速度を正確に制御できること，一方，密度測定において充分な精度を得ること。この両者のかねあいによって試料の大きさを決める必要がある。(2)表面から中心部にいたる破面を連

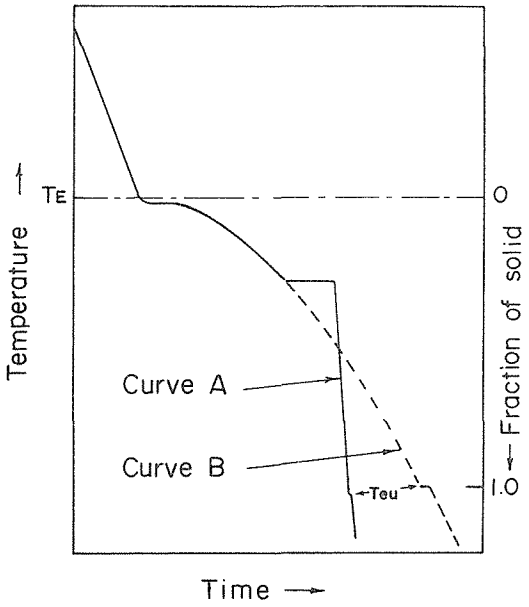

Fig.1 Cooling method. The specimen as shown in the cooling curve A is kept for 5 minutes at a certain fraction of solid after the continuous cooling is interrupted, and followed by quenching. specimen as shown in the cooling curve B is continuously cooled to solidification.

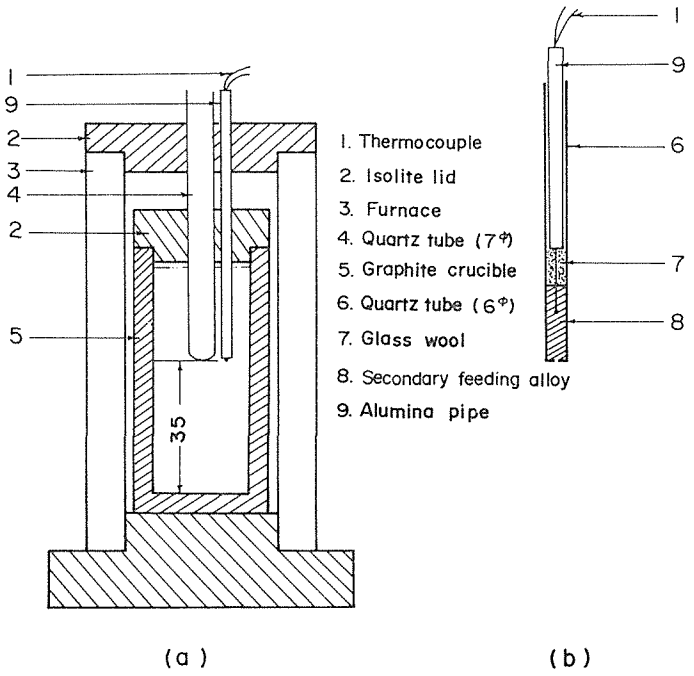

Fig. 2 Preparation of specimen and the secondary feeding method to the solid-liquid coexisting zone.

続的に観察して，鋳塊の欠陥を総合的に把握するためには，できるだけ原型を保ったまま引張り試験を行なう必要がある。

引張試験にはネジ駆動負荷方式の小型試験機を使用し，クロスヘッド速度 0.5×10^{-3}m/s で行なった。引張り破断面は走査型電子顕微鏡によって観察し，つぎの方法によってデンドライト間分離破面率を求めた。引張り破断面の全面を倍率 35 倍の連続写真に撮影し，印画紙上のデンドライト間分離破面を識別して点算法によってその面積を測定し，次の式により分離破面率 R_s を求めた。

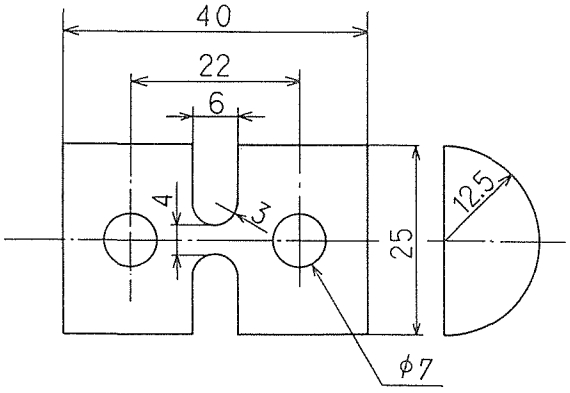

Fig. 3 Dimentions of tensile test specimen.

R_s＝(デンドライト間分離面の面積)／(破断面の全面積)

ここでいうデンドライト間分離面としては，気孔生成によって明確な空洞断面を示すもののほかに，デンドライトの発達形態が損なわれることなく平面的に存在する分離面も観察される。このような分離面は，凝固の末期に生成した間隙状気孔によるものと考えられる。この両者を含めてデンドライト間分離面とし，破断時に生ずる破面と明確に識別して測定することができる。後者の形態は密度を減少させることは少ないが，機械的性質に対しては大きな影響を与えるものと予想される。

3. 固一液共存層の給湯性の評価

3. 1 急冷段階における固相率と密度変化

Fig. 4 の実線は 0.12 K/s の冷却速度で連続冷却し，各固相率に対応する温度で 300 s 保持したのち急冷した場合の，固相率 f_s に対する密度の関係を示すものである。完全液相状態から固相率40%までは一定の高い密度を保っているが，40%から 70%の区間で急激な密度の低下が生じ，70%以上では低い密度の一定値を保っている。この傾向は脱ガス処理の有無にかかわらず類似している。破線は 40%から 70%の固相率で 300 s 保持したのち，急冷直前に液相を注入して給湯を行なった場合であるが，給湯しないものとくらべて密度が高くなっており，給湯によって欠陥が減少したことを示している。

これらの結果を給湯性の観点から考察すれば次のようになる。

固相率が 40%以下であれば固相率が低いために，一定温度保持後の急冷に際し新たな冷却条件に順応する給湯性の良好な凝固遷移層の確立が容易になり，その結果として，密度の高い健全な鋳塊が得られたものと考えられる。つぎに固相率 40%以下になると，固相率の増加につれて，急冷する際の冷却条件の変動に順応することがしだいに困難となり，初期の等温凝固過程の影響が残存し，そのため給湯性は不良となり，欠陥の生成を促し，密度が減少したものと考えられる。しかし，人工的に給湯源を与えるとそれが活用され，その固相率に応じた一定の健全性の改善が得られる。しかしながら，固相率 70%以上では給湯性は非常に悪くなり，もはや人工的な給湯源による改善も不可能な状態となる。固相率 70%以上で密度が一定となることは，この段階で気孔の発生とその成長過程が規定されたことを意味するものである。

一般に凝固が進行すれば，凝固収縮に見合う液相の補給が必要となり，収縮負圧の増大が駆動力として給湯を助長するが，液相が流動する領域の固相率が高くなると，しだいに給湯は困難となり，より高い収縮負圧の増大を必要とする。しかしそれも固相率 70%附近で限界に達し，それ以上では液相の流動は不可能となり，その結果収縮負圧は飛躍的に増大する。このような収縮負圧の増大する過程において，気孔の核生成とその成長が行なわれる。

一般に凝固遷移層は，デンドライトの発達形態と液相の流動性の観点から，q_1, q_2, p の三領域に区分される。[2] Fig. 4 の結果は，固相率に対する給湯性すなわち液相の流動性の変化によって生ず

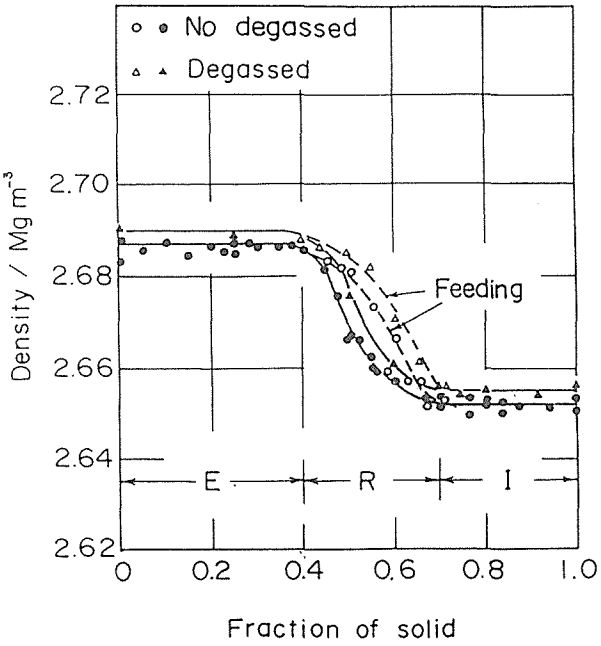

Fig. 4 Relation between density and the fraction of solid. The dotted lines show the case with secondary feeding. E, R, and I zones are effective, restricted and ineffective solidification zones on feeding, respectively.

るものと考えられるから，上述の区分と対応させて考察することができる。ここで，凝固区間を給湯性に対する密度レベルによって区分し，固相率 0%から 40%までを給湯有効凝固区間(E)，40%から 70%までを給湯制約凝固区間(R)，70%から 100%までを給湯無効凝固区間(I)と呼称する。

3. 2　密度と冷却速度の関係

Fig. 5 は，給湯制約凝固区分からの急冷後の鋳塊の密度に及ぼす，結晶生成初期の冷却速度の影響を示すものである。冷却速度 0.12 K/s で脱ガスしない場合を基準とすれば，冷却速度 1.33 K/s では，給湯制約凝固区間で密度の増加が認められ，そのまま給湯無効凝固区間へと引きつがれている。さらに冷却速度が増加して 4.17 K/s 以上になると，給湯制約凝固区間から給湯無効凝固区間にわたって密度は大幅に増加し，給湯有効凝固区間と同等になる。

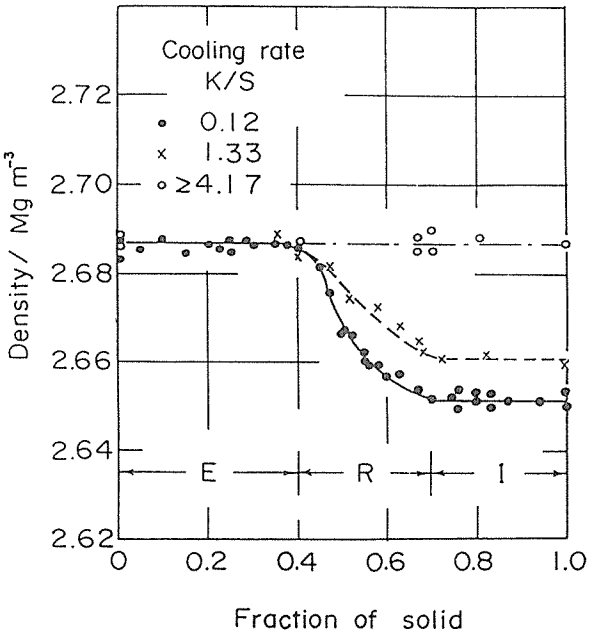

Fig. 5　Effect of cooling condition on the restricted solidication zone.

冷却速度が小さい場合，結晶核の発生数が少ないので凝固は不均一に進行し，デンドライトの疎な部分に液相空間が形成される。ただ，デンドライトの分布が不均一であれば，液相の流動性も不均一となり，部分的な流動性の低下によって，凝固収縮を補うべき給湯性が不足して収縮負圧が局部的に増大することが予想される。このような条件のもとでは，液相空間内の液相は周囲の微細なデンドライト間隙に発生する収縮負圧の増大に対応して吸引されて，液相空間が気孔となる可能性が考えられる。これに対して冷却速度が大きければ，結晶核の発生数が多いので凝固は均一に進行し，デンドライトは緻密かつ均一となり，給湯性は均等に保たれ，液相空間は形成され難く，また収縮負圧の局部的増大も生じ難い。とくに，固相率 40%から 70%までの給湯制約凝固区間での給湯性の向上が，鋳塊の健全性を高める上で基本的な条件であることが理解される。

ここで給湯性を支配する要因については，つぎのことが把握されている。

第一は，デンドライトの発達形態を規定する結晶生成初期段階の冷却速度である。これは，透過率を通して流動性を変化させるからである。[3] 第二は，凝固遷移層における液相の流動限界固相率である。これによって透過率を適用し得る固相率の範囲が決定される。[4] 第三は，凝固遷移層の移動速度である。これは，給湯性が保たれている時間を規定するものである。さらに上記の要因に加えて重要なことは，対象合金の液相-固相変態における体積変化である。これは，凝固収縮における収縮負圧の大きさを決めることになり，そのことは，凝固過程における給湯性を規定する駆動力となる。またその収縮負圧の程度は，鋳塊の欠陥となる気孔生成を規定する直接的要因でもある。

3. 3　固相率と気孔率，デンドライト間分離破面率

Fig. 6 は，固相率 f_s に対する密度から求めた気孔率 R_P およびデンドライト間分離破面率 R_S の

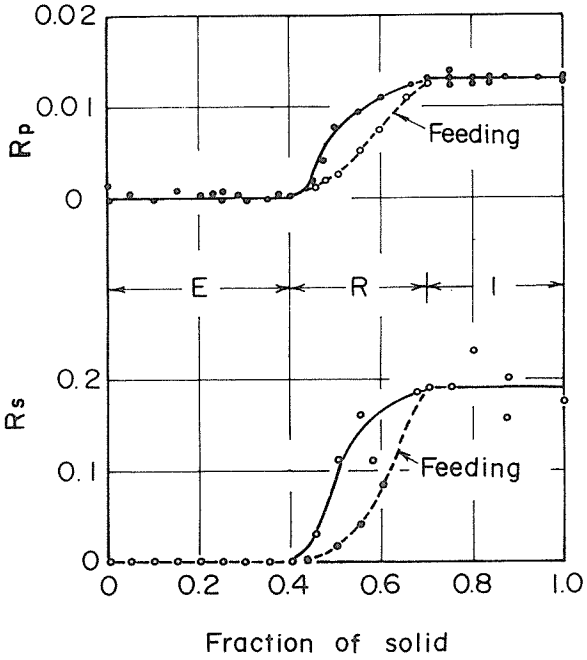

Fig. 6 Relations between the ratio of the observed area of interdendritic separation to the area of fractured surface, Rs, porosity, Rp, and the fraction of solid.

関係を示したものである。実線は給湯を行なわない場合であり，破線は急冷直前に，その回相率に相当する濃度の液相を注入して給湯を行なった場合である。一見して，気孔率と分離破面率の両者は，ほとんど同様の傾向で変化していることがわかる。すなわち，固相率 0%から 40%までの給湯有効凝固区間では両者ともほとんどゼロであるが，40%から 70%までの給湯制約凝固区間では急速に増加し，70%以上の給湯無効凝固区間では高い値で一定となる。また，給湯を行なったものは行なわないものとくらべて，給湯制約凝固区間内でつねに R_S および R_P が小さく，給湯によって気孔および分離面の減少したことがわかる。R_S と R_P ではその値はオーダーに一桁の差があるが，これは R_P が空隙の体積をあらわすのに対して R_S は面積をあらわすことによるものである。すなわち，分離面間の空隙が極めて狭い場合，空隙の体積はゼロに近くなるが，分離面の面積としては必ずある大きさをもって測定されるからである。また，R_S の値は R_P にくらべてバラツキが大きいが，これは測定方法の相違によるものである。すなわち，R_P は密度から計算によって求めたもので，鋳塊全体に含まれる空隙の総体積率をあらわすものである。これに対して，R_S は試験片の破断面上という限定された一断面上での測定値であるから，多少のバラツキは避けられない。しかしながら両者の傾向が一致することは，この両者が同一の凝固条件によって支配され，確率的に気孔の形成される条件はまたデンドライト間分離を発生させる条件でもあることを示すものである。

3. 4 デンドライト間分離面の形態と分布

Fig. 7 の a，b および c は各固相率区間における代表的な引張り破断面の走査電顕写真である。a は固相率 0%，すなわち給湯有効凝固区間のものである。全面が微細な延性破面であり，分離面，

気孔ともに全く認められない。なお固相率 40%以下における破面は，いずれもこの写真と同様であった。b は固相率 47.5%で給湯制約凝固区間に相当するものである。延性破面のなかに微小な分離面があらわれはじめている。右上部に見える空隙はかなり大きく，このようなものが密度の変化に寄与するものと考えられる。なお分離破面率は 5.8%である。c は固相率 70%で給湯無効凝固区間に相当するものである。分離面は大きく発達して空隙としてもかなりの体積を占めるようになっている。このような分離面は，試験片の有効断面積を減少させるとともに，その形態および三次元的な分布配列にともなう応力集中効果などによって，強度，延性および靱性を著るしく低下させるものと考えられる。

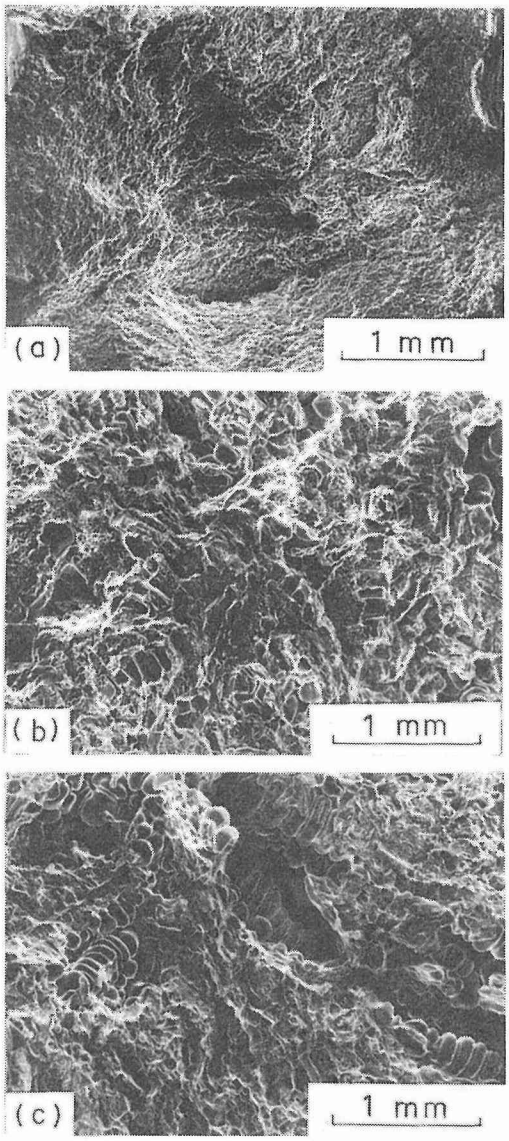

Fig. 7　SEM micrographs of fractured surfaces of specimens
(a)　fs=0%　　Rs=0%
(b)　fs=47.5%　　Rs=5.8%
(c)　fs=70%　　Rs=18.8%

3. 5　引張試験結果との関係

Fig. 8 は気孔率 R_P に対する引張強さの関係を示すものである。気孔率の増加につれて引張強さは直線的に減少していることがわかる。これを Fig. 6 と比較して固相率 f_s に対応させてみると，気孔率 0%附近の高い引張強さは給湯有効凝固区間に相当するものであり，気孔率 1.5%附近の低い引張強さは給湯無効凝固区間に相当する。気孔率 0～1.5%の間は給湯制約凝固区間に相当するもので，ここにおいて，給湯性の制約にともなう気孔率の増加と引張強さの減少との関係が明確に示されている。なお，分離破面率 R_S に対する引張強さの関係においても，R_S の増加とともに引張強さは減少しており，固相率の変化にともなう給湯性の制約との対応関係は，気孔率 R_P の場合と同様であることが認められている。

Fig. 9 は引張強さに対する伸びの関係を示す

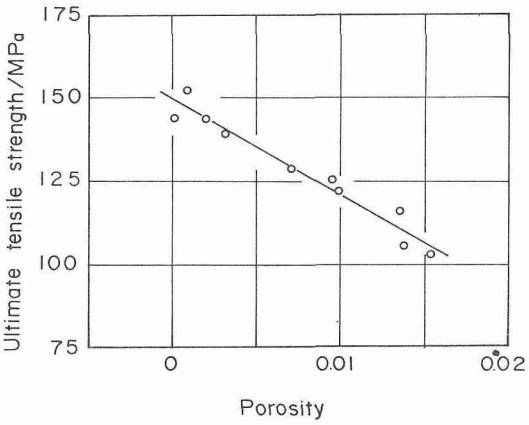

Fig. 8　Relation between porosity and ultimate tensile strength.

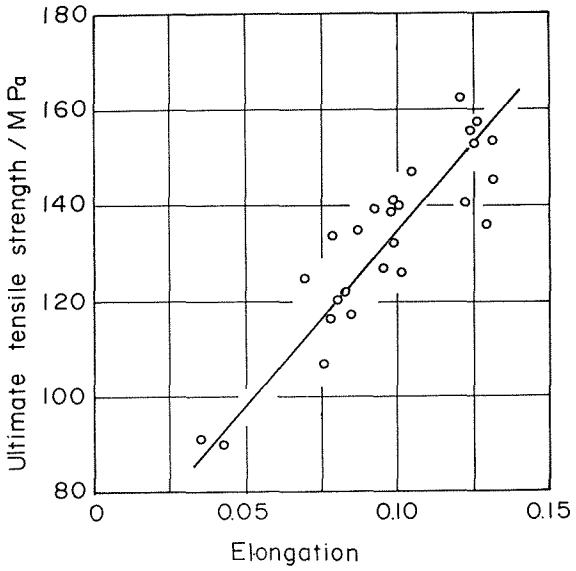

Fig. 9 Relation between ultimate tensile strength and elongation.

ものである。引張強さの増加にともなって伸びもまた増加している。このように強度と延性が同時に増加しているということは，材質の基本的な改善が行なわれたことを示すものである。そしてこの改善効果が，固相率にともなう各凝固区間での密度の変化として示されることは，鋳塊の材質が，その冷却条件によって決まる給湯性に本質的に依存していることを示すものである。

4. 結　　言

Al-3 mass % Si 合金を完全液相状態から所定の固相率に対応する温度まで連続冷却し，その温度で 300 s 保持したのち急冷した鋳塊について，密度測定，引張試験ならびに走査型電顕による破面観察を行なった結果，つぎのことが明らかになった。

(1) 合金の凝固過程においては，固相率にともなって給湯性が変化し，給湯有効，給湯制約および給湯無効の三つの凝固区間が存在する。

(2) 鋳塊の健全性を左右する欠陥の発生は，給湯制約凝固区間における給湯性によって規定される。すなわち，この区間での給湯性を良好に保つことによって，鋳塊の材質を基本的に改善することができる。

参 考 文 献

(1) H. Arbenz : Giesserei, **66**, 702 (1979)
(2) 高橋忠義，萩原　巌：日本金属学会誌，**29**, 1152 (1965)
(3) 高橋忠義，工藤昌行，永井慎一：鉄と鋼，**68**, 623 (1982)
(4) 高橋忠義：日本金属学会講演概要，第 90 回大会，32 (1982)