



Title	合金鑄塊の健全性と凝固過程の収縮挙動について
Author(s)	高橋, 忠義; Takahashi, Tadayoshi; 大笹, 憲一 他
Citation	北海道大學工學部研究報告, 110, 81-88
Issue Date	1982-09-20
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/41747
Type	departmental bulletin paper
File Information	110_81-88.pdf



合金鑄塊の健全性と凝固過程の収縮挙動について

高橋 忠義 大笹 憲一 望 月亮 輔*
(昭和57年6月15日受理)

The Solidification Contraction and the Soundness of Alloy Ingots

Tadayoshi TAKAHASHI Ken-ichi OHSASA Ryosuke MOCHIZUKI
(Received June 15, 1982)

Abstract

In order to clarify the relationship between the solidification contraction and soundness of an Al-3 mass% Si alloy, the contraction in a radial direction of a cylindrical ingot with or without degasification was measured by the differential transformers. The soundness of the ingot was evaluated by density measurement.

As a result, it was shown that the contraction during solidification occurred resulting from the thermal contraction and the deformation of the solid having liquid core. The deformation of the solid was induced by negative pressure developed within the liquid core due to liquid-solid transformation at the late stage of solidification. The density of the ingot increased with the increasing solid deformation. The degassed ingot had a higher density than the non-degassed ingot because of large contraction and a lesser porosity.

1. 緒 言

合金の凝固過程において生じる収縮には凝固開始温度から凝固終了までの温度降下にもともなう固-液共存層の液相と固相の熱収縮、および液相から固相への変態にもともなう凝固収縮とがある。特に凝固収縮は給湯の不足する鑄造条件下での引け巣の原因となるものである。液相-固相変態にもともなう凝固収縮の補填には凝固過程のデンドライトの発達形態より二つの段階が考えられる。第一はデンドライト間隙を通る液相の流動によって凝固収縮が補填される段階である。これは流動限界固相率までである。第二は高固相率になって液相が完全に固相にとりかこまれる段階で、外部からの給湯が完全に断ちきられた後の凝固収縮の補填である。この後者の場合には、凝固収縮量に相当する気孔の生成か、あるいは Campbell が提案している液相をとりまく高温固相の変形が考えられる。^{1)~3)} 高固相率における凝固収縮が固相の変形によって補われるならば、鑄塊の収縮挙動に現われる事になり、その収縮挙動の大小は健全性を予測する上で重要な要素となる。

金属工学科 金属工学第三講座

* 川崎製鉄㈱

本研究では Al-3 mass%Si 合金を試料として凝固過程における鑄塊の半径方向の収縮を差動トランスを用いて測定し、その収縮挙動を固相の熱収縮と凝固収縮とに分離する検討を熱収縮に関する基礎実験と高温クリープ変形に関する解析とによって行なった。

2. 等温凝固過程の鑄塊の収縮

2.1 実験方法

実験装置を Fig. 1 に示す。鑄型は内径 60 mm, 外径 90 mm, 高さ 85 mm の黒鉛製で、鑄塊内

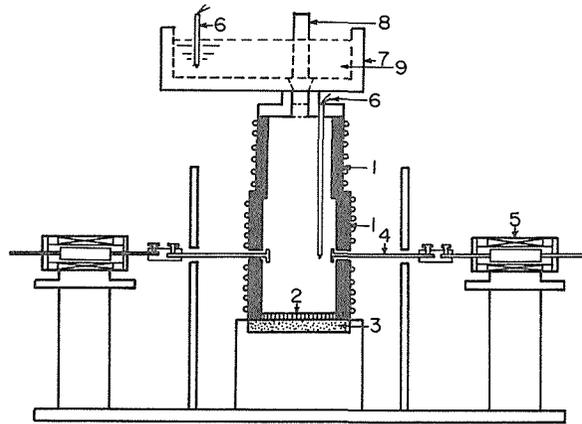


Fig. 1 Experimental apparatus

- | | |
|-----------------------------|------------------|
| 1. Graphite crucible | 6. Thermocouples |
| 2. Isolite bottom | 7. Tundish |
| 3. Magnesia insulator | 8. Stopper |
| 4. Quartz rod | 9. Molten alloy |
| 5. Differential transformer | |

の温度勾配をできるだけ小さくするために鑄型を最高 600℃ に予熱できるようにした。鑄型の上部には鑄塊本体の給湯性確保のためにニクロム線を巻いて加熱した黒鉛製の円筒を設置し、この部分が押湯となる。実験に用いた試料は Al-3 mass%Si 合金約 900 g で、溶解後最高加熱温度を 800℃ と一定にし、鑄込温度 700℃ で鑄型上部の湯だまりより鑄型内に鑄込んだ。実験は脱ガス処理を行わないものおよびヘキサクロルエタンを投入する事により脱ガス処理を行ったものについてそれぞれ行った。

鑄型底部より 35 mm 上の位置に鑄塊との連結を容易にするために先端を平たくした直径 3 mm の石英棒を鑄型を貫通して、鑄壁より 5 mm の位置に設置し、鑄塊と差動トランスとをこの石英棒で連結する事により、凝固過程における鑄塊の半径方向の収縮を両側面より連続的に測定した。収縮量は左右二つの差動トランスによる測定量の和として評価した。鑄塊内の測温は鑄型底部、収縮測定位置、押湯部、およびその中間の 4 点に設置した CA 熱電対により行い、測温より得られる鑄塊の固相率変化と収縮挙動との関係を求めた。凝固後鑄塊を分割し各試片の密度を天秤法で測定し鑄塊の健全性の評価を行った。

2.2 固-液共存層の固相の熱膨脹係数

Al-3 mass%Si 合金が凝固する時最初に晶出する固相の Si 濃度は約 0.4% であり、凝固の進行とともに固相の Si 濃度は増加し共晶反応時には平衡凝固条件下では 1.65% となる⁴⁾。このように凝

固過程で溶質濃度の変化する固-液共存層の固相の熱膨脹係数を評価するために次の実験を行った。

Al-0.5 mass%Si, Al-1 mass%Si, Al-1.5 mass%Si の 3 種類の組成の直径 60 mm, 厚さ 10 mm の円盤を作製し, 溶体化処理を行って非平衡相として存在する Si を固溶させた後に, それぞれの組成に対応する平衡固相線温度の直下まで昇温しその後の冷却過程での円盤の収縮を差動トランスで測定し, 各組成の Al-Si 合金の融点近傍での熱膨脹係数を決定した。その結果として 0.5 mass%Si 濃度の増加により, $0.35 \times 10^{-5}/K$ の熱膨脹係数の減少が見られる。この程度の変化ならば熱膨脹係数の適用にあたっては固相率増加による濃度変化を順次考慮することなく, 平均濃度における挙動として扱うこととした。本研究で適用した熱膨脹係数は $3.2 \times 10^{-5}/K$ である。

2. 3 実験結果および考察

Fig. 2 は非脱ガス鑄塊の凝固過程における収縮と, 収縮測定位置における固相率変化とを凝固開

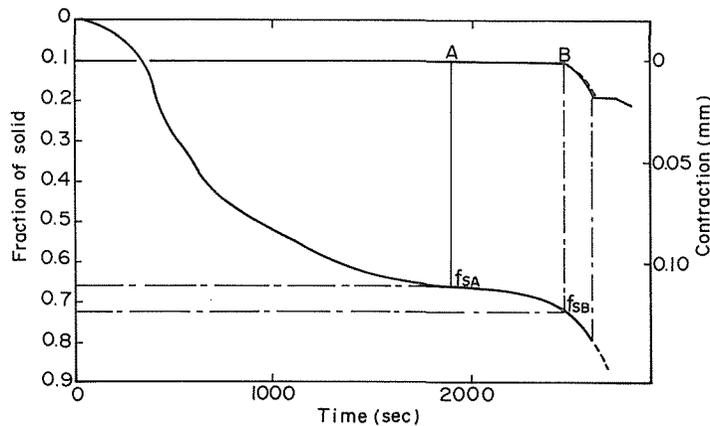


Fig. 2 Change in contraction in radial direction of a cylindrical ingot and the fraction of solid for an Al-3 mass% Si alloy with no degasification. The dashed line shows the thermal contraction calculated from cooling curve.

始からの時間に対してプロットしたものである。凝固開始から固相率 $f_{SA}=0.66$ となる点 A まで収縮は認められず, A から徐々に収縮が開始し, さらに固相率 $f_{SB}=0.73$ になる B 点から収縮が顕著に現われた。凝固開始から約 2600 sec 後の固相率 79% の共晶温度に達すると温度の停滞に対応して鑄塊の収縮は停滞し, 共晶反応が終了して鑄塊が完全固相となって温度降下が始まると再び収縮が観察された。収縮開始から凝固が完了する共晶温度までの全収縮量は約 0.018 mm であった。

収縮が顕著となった B 点の温度から共晶温度までの温度降下 ΔT に対応する鑄塊の熱収縮量 Δr は次のようになる。

$$\Delta r = \beta \cdot \Delta T \cdot 2r \quad (1)$$

ここで β : 熱膨脹係数 ($3.2 \times 10^{-5}/K$), r : 鑄塊の半径である。Fig. 2 には実線で示した測定による収縮と同時に B 点からの温度降下に対応する鑄塊の熱収縮量を破線で示してある。両者はほとんど重っており, B 点からの収縮はほとんど固相の熱収縮のみが現われたものと考えられる。このことから, 凝固の進行とともに結晶が相互に関係を有する状態に移行し, 固相率が f_{SB} に達した時に dendrite ネットワークの係が強固となり, 完全固相に近似した熱収縮挙動を示すに至る。

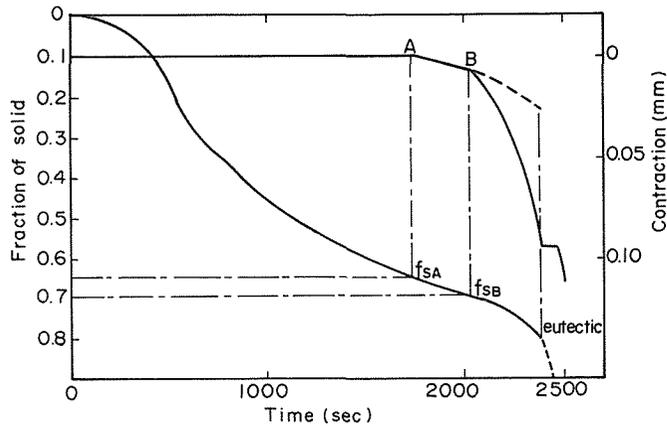


Fig. 3 Change in contraction in radial direction of a cylindrical ingot and the fraction of solid for an Al-3 mass% Si alloy with degasification. The dashed line shows the thermal contraction calculated from cooling curve.

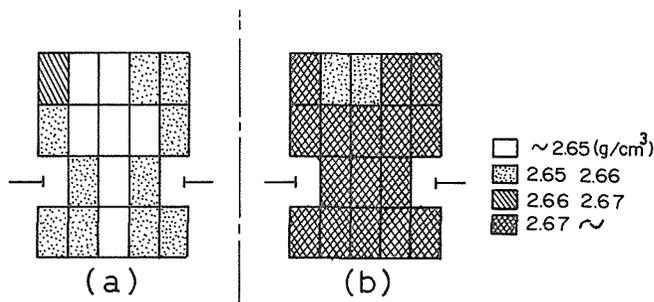


Fig. 4 Distribution of density of Al-3 mass% Si alloy ingots.

(a): No degassed (b): Degassed

たものと考えられる。

Fig. 3 に脱ガス処理した鋳塊の収縮曲線を示す。Fig. 2 に示した傾向と同様に $f_{sA}=0.65$ になる A 点より収縮が開始し、 $f_{sB}=0.69$ になる B 点に至ると収縮がより顕著となっている。この鋳塊は共晶温度までの収縮は 0.092 mm と比較的大きかった。Fig. 3 には Fig. 2 と同様に温度降下に対応した固相の熱収縮量を B 点より破線で示してある。B 点から熱収縮が開始するとした理由は、Fig. 2, Fig. 3 双方の結果において A 点から熱収縮が開始するとして考えると、測定された収縮量は予想される熱収縮量よりも小さくなるためである。この鋳塊では B 点からの収縮は熱収縮よりも大きく、この差は流動限界固相率に達すると凝固収縮負圧が増大して、それによって固相の高温クリープが引き起こされるために付加された収縮量と考えられる。その根拠は後述の解析結果から判断した。したがって鋳塊の外殻に現われる収縮には固相の熱収縮と凝固収縮負圧による固相の変形とがある事になる。共晶反応時に収縮が観察されないのは一つは共晶反応時における温度停滞による熱収縮の停滞によることは考えられるが、しかし共晶組成の液相の液相-固相変態では約 3.39% の凝固収縮があることになるが⁹⁾ この変態収縮も現われてこないのは共晶変態が試料中で分散的に行なわれ、たとえクリープ変形があるにしても試料の統一変形に関与しない状態で行なわれるためであると思われる。

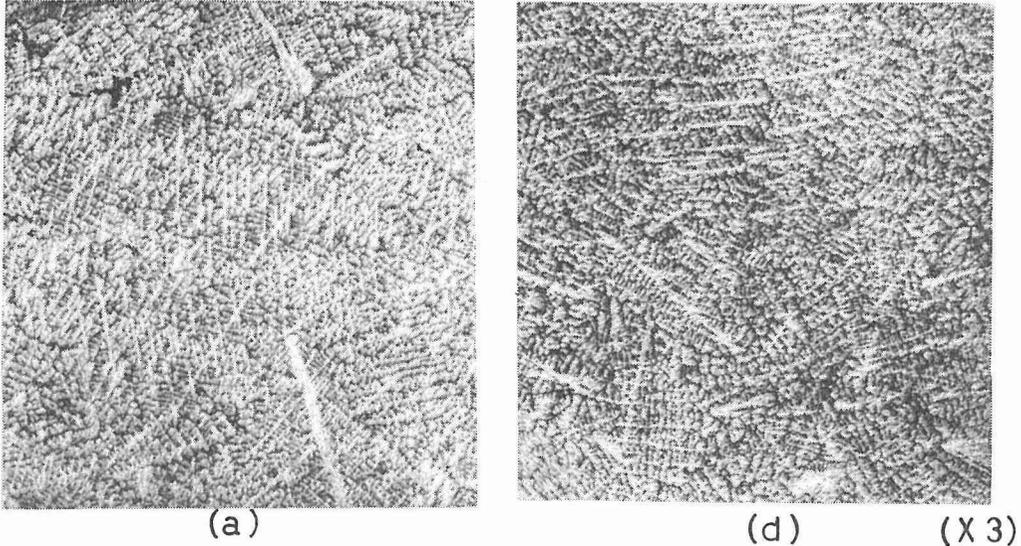


Photo. 1 The solidification structure of Al-3 mass% Si alloy ingots.
(a) : No degassed (b) : Degassed

Fig. 4 にこの二つの鑄塊の縦断面部の密度の測定結果を示す。石英棒がある空白部は密度測定を除外した部分である。密度分布図に示すように熱収縮を上回る収縮が観察された脱ガス処理を行なった鑄塊の方が、収縮量の小さかった非脱ガス処理の鑄塊よりも全体的に高い密度を示している。この事は収縮の大きかった鑄塊では流動限界固相率までのデンドライト間の液相の流動による凝固収縮の補填とその限界固相率を越えた後の固相変形挙動による凝固収縮の補填とが、気孔生成を最小にして連続してスムーズに引きつがれたことによるものと考えられる。一方収縮量の小さかった鑄塊では固相の変形を開始する前に、鑄塊内のかなりの領域で収縮負圧が気孔の核生成に必要な臨界負圧に達し、気孔の生成とともに収縮負圧が緩和され⁶⁾、収縮負圧によるその後の固相の変形がほとんどおこらなかった事を示している。この二つの鑄塊の収縮測定レベルの中心部のブロックを研磨し、Photo. 1 に示す。収縮量の小さかった試料には比較的大きな気孔が観察され、この事は密度変化と符合する。

3. 凝固収縮負圧と固相変形挙動

Campbell は凝固過程における固-液共存層の固相と液相を液相芯をもつ固相の円筒殻として取り扱い、残留液相の凝固にともなう凝固収縮が融点温度における固相のクリープ変形によって補われる事を検討し、この変形に必要な負圧の値を算出している³⁾。液相芯の半径を r とし、今 $dr/d\theta$ の速度で凝固が進行しこの凝固収縮を補うために固相円筒殻内面が変形している時にこの円筒殻を横切る圧力差 ΔP_d は次式のようなになる。

$$\Delta P_d = \frac{\gamma}{r} - \frac{m}{2K_2} \left[\frac{\beta \cdot r \cdot \left(\frac{dr}{d\theta} \right)}{K_1} \right]^{\frac{1}{n}} \left[\frac{1}{r^{\frac{1}{n}}} - \frac{1}{b^{\frac{1}{n}}} \right] \quad (2)$$

ここで γ : 固-液界面エネルギー、 b : 隣接する液相チャンネル間の距離の 1/2, (デンドライトアーム間隔の 1/2), K_1 , K_2 , m は定数である。 β は凝固収縮率で次式で定義される⁷⁾

$$\beta = \frac{\rho_s - \rho_l}{\rho_s} \quad (3)$$

ここで ρ_s : 固体の密度, ρ_l : 液体の密度である。要するに(2)式は固相変形時に必要な残留液相内に生じる負圧の大きさを示すことになる。Campbell は液相の流動時に生じる負圧とこの固相変形時における負圧を比較する事により, 凝固収縮が液相の流動により補われる状態から固相の変形によって補われる状態へと推移する過程を求めている。しかし流動時に生じる負圧を見積るために, 容易に定め難いデンドライトの発達にもとづく形状因子を基本とした毛細管モデル⁷⁾を適用しているので, その結果の正当性には疑問があると考えられる。

著者の一人は円形空孔浸出法により Al-Si 合金の透過率を冷却速度と固相率との関係で系統的に求めている⁸⁾。この透過率を用いて給湯時に生じる負圧を求め, (2)式により算出した固相変形に必要な負圧との比較検討を行った。凝固収縮を補うために押湯から鋳塊内に鋳塊の高さ方向に沿って液相の流動が生じる時に, 凝固収縮量と液相の流入量が等しいとしてバランスをとると, 鋳塊底部から x の距離の位置での液相の平均流速 U は次のようになる。

$$U = \frac{\beta}{1-\beta} \cdot \frac{df_s}{d\theta} x \quad (4)$$

ここでは f_s : 固相率, θ : 時間である。固-液共存層内の液相の流動が多孔質媒体中の流れに関する Darcy の法則に徒うとすると次式が成り立つ。

$$dp = \frac{\mu}{k} \cdot U dx \quad (5)$$

ここで μ : 液相の粘性係数, k : 透過率である。(5)式に(4)式を代入して, 今 P_a は押湯での圧力(一般に大気圧と見なせる), P_x は鋳塊底部より x の距離の位置での圧力とすれば, P に関して P_x から P_a , x に関して x から L まで積分すると次式を得る。

$$\Delta P_f = \frac{\mu}{k} \cdot \frac{\beta}{1-\beta} \cdot \frac{df_s}{d\theta} \cdot \frac{L^2 - x^2}{2} \quad (6)$$

ここで L : 鋳塊底部から押湯までの距離である。 $\Delta P_f = P_a - P_x$ でこの ΔP_f は鋳塊内を液相が流動する時, 流動抗力により押湯から x の位置までの長さに沿って生じている圧力降下, すなわち負圧の大きさを示している。

固相率 f_s , 凝固開始初期の冷却速度 R (K/s) と透過率 k (cm^2) との関係は次式で表わされる。

$$\log k = \log 2.1 \times 10^{-6} R^{0.54} + 16.6 R^{0.18} \log(1-f_s) \quad (7)$$

各実験条件に対応する冷却速度 R が得られるならば(7)式より固相率に対応する透過率の値が

Table 1. Numerical data for calculation

β	0.065
μ	0.045 (poise)
γ	90 (erg/cm ²)
k_1	70 (sec ⁻¹)
k_2	7.46×10^{-9} (cm ² /dyne)
m	4.55

決まる事になる。本実験での鑄塊の測温より凝固速度を求め(2)式と(6)式に代入し固相率に対応する ΔP_d と ΔP_f の変化を求めた。計算に用いた A_l に関する数値^{2),7)}をTable. 1に示す。非脱ガス処理の鑄塊に関しての計算結果をFig. 5に示す。凝固の低固相率の段階では液相の流動時に生じる収縮負圧 ΔP_f が固相のクリープ変形に必要な負圧 ΔP_d より小さく、その結果液相の流動が優先しているが固相率の増加とともに固-液共存層の流動抗力が増大して液相の流動にはより大きな負圧を必要とするため固相変形が優先する段階に至っている。その際の固相変形の開始する固相率は0.65になり、脱ガス処理を行った鑄塊では0.63となる結果を得た。これらの値はFig. 2とFig. 3で示した収縮曲線のA点における固相率によく近似している。

4. 流動限界固相率

前述の実験および計算結果より以下の考察を行った。凝固の低固相率段階では凝固収縮は押湯からの液相の流動によって補われるが、凝固の進行とともにデンドライト結晶間の関係は強まり、しだいに液相の流動は困難になり、残留液相内に生じる収縮負圧は増大していく事になる。この収縮負圧が液相をとりまく高温の固相の変形に必要な大きさにまで達すると固相変形が開始し、液相の流動にかわって凝固収縮を補う事になる。Fig. 2, Fig. 3に示されているA点からの収縮がこの事に対応しているものと考えられる。しかしデンドライト結晶の不均一な発達形態により、鑄塊内では固相変形の生じる領域と生じない領域が存在するので収縮量は必ずしも大きくはならない。凝固がさらに進行し、液相の流動が実質上不可能となる固相率段階に達すると収縮負圧は急激に増大し、鑄塊内の全領域で固相変形が開始する事になる。この流動限界固相率に対応するのがB点での固相率 f_{SB} と考えられる。またこの流動限界固相率に達した段階ではデンドライトネットワークが非常に強固となっているので、固相変形と同時に固相

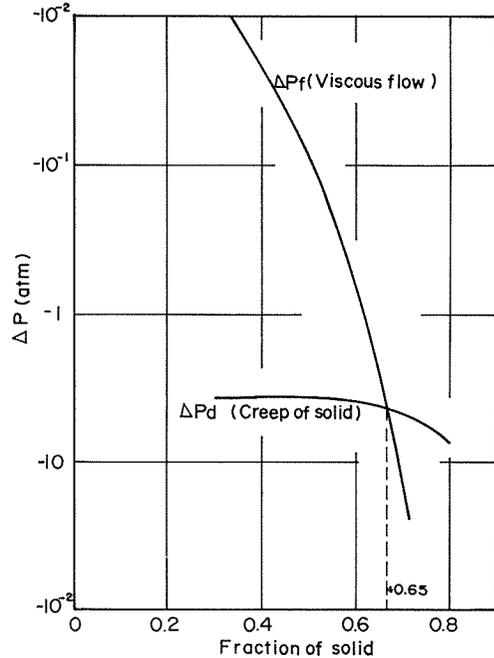


Fig. 5 The negative pressure in the residual liquid during solidification of an Al-3 mass% Si alloy. ΔP_f and ΔP_d are the negative pressure required for the liquid flow and creep deformation of solid, respectively.

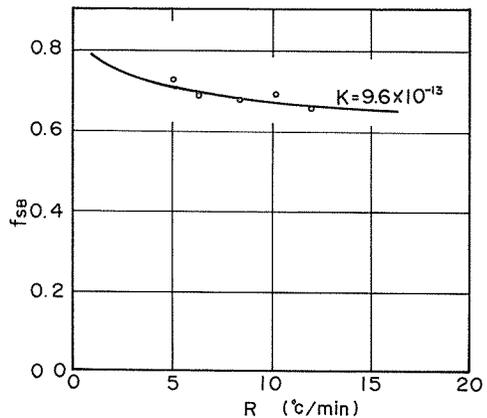


Fig. 6 Relation between the maximum fraction of solid for liquid flow under solidification contraction, f_{SB} , and the cooling rate, R . The solid line shows the relation calculated from eq. (7) by substituting 9.6×10^{-13} for K .

の熱収縮が鑄塊の外殻の収縮として現われてくると考えられる。

この流動限界固相率に達する前に残留液相内に気孔が生成してしまうと収縮負圧は緩和され、固相変形は生じ得ず生成した気孔が成長する事により凝固収縮を補う事になる。流動限界固相率以降の凝固では収縮負圧はさらに増大する事になるが、この段階になるとたとえ気孔が生成してもデンドライト間隙の液相は相互の連係が閉ざされて気孔は拡大する事ができずに凝固を終了するものと考えられる。したがってこのような凝固末期における気孔生成は鑄塊の健全性の上からはあまり障害にはならないと考えられる。溶存ガス含量の多い場合には気孔生成を助長することが考えられるために非脱ガスの鑄塊では流動限界固相率に至るまでの間に、かなりの領域で気孔が生成していることになり、さらにデンドライトの不均一な発達がこの現象を促進することになる。また流動限界固相率は結晶生成する初期段階の冷却速度に左右される。鑄塊の凝固開始初期の冷却速度 R をもととして、その凝固過程の収縮曲線の B 点から求められる固相率を流動限界固相率として白丸で示したのが Fig. 6 である。また Fig. 6 の実線は(7)式において透過率を 9.6×10^{-13} とした時の固相率 f_s と冷却速度 R との関係を示したものである。測定値と実線は良く対応しており、このことは凝固収縮をともなう場合においても、静圧下の流動限界固相率における透過率が冷却速度によらず一定であるという結果⁹⁾と一致するものであり、その値は 9.6×10^{-13} が適切なものであることを示すことになる。

5. 結 言

Al-3 mass%Si 合金を試料として、凝固過程の半径方向の収縮を差動トランスを用いて測定した。その結果以下の事が明らかとなった。

- 1) 凝固過程における鑄塊の収縮は固-液共存層の固相の熱収縮と、収縮負圧による固相の変形とが複合したものであり、これらの収縮は鑄塊が流動限界固相率に達すると顕著に現われる。
- 2) 凝固収縮負圧下での流動限界固相率における透過率は、凝固開始初期の冷却速度によらず、 9.6×10^{-13} の一定値となる。
- 3) 有効な脱ガス処理は鑄塊の総収縮量を大きくし、その結果鑄塊の密度を高め健全性につながる。

参 考 文 献

- (1) J. Campbell: Trans. AIME, **239**, 138 (1967)
- (2) J. Campbell: Trans. AIME, **242**, 264 (1968)
- (3) J. Campbell: Trans. AIME, **242**, 268 (1968)
- (4) M. Hansen: Constitution of Binary Alloys, McGraw-Hill Book Co. Inc., New York (1958)
- (5) 高瀬孝夫: 日本金属学会誌, **3**, 2, 53. (1939)
- (6) J. Campbell: "The Solidification of Metals" The Iron and Steel Institute (London) 1967.
- (7) T. S. Pivonka and M. C. Flemings: Trans. AIME, **236**, 1157 (1966)
- (8) 高橋忠義・工藤昌行: 学振 19 委凝固現象協議会, **10280** (1980)
- (9) 高橋忠義・工藤昌行, 永井慎一: 鉄と鋼, **68**, 623 (1982)