

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 23 日現在

機関番号：82723

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25420796

研究課題名(和文)凝固組織制御によるマクロ偏析低減技術の確立

研究課題名(英文) Modification of macrosegregation due to size and morphology control in solidified structure

研究代表者

江阪 久雄 (ESAKA, Hisao)

防衛大学校(総合教育学群、人文社会科学群、応用科学群、電気情報学群及びシステム工・その他部局等・教授)

研究者番号：40531992

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,900,000円

研究成果の概要(和文)：凝固組織を制御することによって鑄片内に発生するマクロ偏析を抑制する可能性についてAl合金を用いて検討した。等軸晶のサイズは不均一核生成を促進するTi-B系の微細化剤の添加量により、等軸晶の複雑さは鑄造後に鑄型全体を振動させることにより、独立に制御できることがわかった。この基礎実験により、等軸晶の径と複雑さを変化させて、マクロ偏析を再現することのできる鑄型に注入した。4水準の組織形態の中では、微細かつ複雑な形状の等軸晶の場合にマクロ偏析が最も軽微になることが明らかになった。

研究成果の概要(英文)：The feasibility study for suppressing a macroscopic segregation in an ingot has been performed, controlling the solidified structure. Al-10wt.%Cu alloy has been used as a model alloy. The size of equiaxed grain was controlled by the amount of modifier which promote nucleation of primary aluminum due to heterogeneous nucleation. The complexity of morphology of equiaxed grain was changed by applying the oscillation of mold just after casting. Because of these two actions, the size and complexity of equiaxed grain were controlled independently to some extent. Then, casting experiments have been carried out where the molten alloy was poured into a mold cavity and macroscopic segregation has been characterized precisely, changing the size and complexity of equiaxed grains. It was found that macrosegregation has been suppressed when the equiaxed grains are fine and complex.

研究分野：鑄造工学

キーワード：マクロ偏析 等軸晶 組織微細化 組織複雑化 フラクタル次元 樹間流動 負圧ブリッジング

## 1. 研究開始当初の背景

### (1) マクロ偏析低減の必要性

鉄鋼製造プロセスの中核である鋼の連続製造において、マクロ偏析が生成すると特に圧下比の小さな厚板用鋼材において、割れや溶接部の靱性低下などの品質低下の問題がある。1980年代に軽圧下技術が開発されて、マクロ偏析のレベルは大幅に改善された。しかし、最近の品質重視の考え方が一般化してくると従来は問題にならなかった軽微な偏析も問題になるようになってきた。マクロ偏析は次工程の処置ではどうにもならないため、凝固時に抑制しなければならない。そのため、従来にはない抜本的な解決法が求められる。

### (2) 組織制御によるマクロ偏析抑制

凝固組織のサイズを超えて鑄片サイズのオーダーのマクロ偏析は、凝固末期の溶質や不純物を濃化した液相が凝固収縮などの力により特定部位に集中することにより発生する。凝固収縮を補償する方策が軽圧下技術である。前述のように、マクロ偏析を大幅に改善することができたものの、非定常部では効果を発揮できないほか、軽微な偏析は発生してしまうという問題がある。仮に凝固収縮の力が発生しても、不純物を濃化した液相を流動しないようにすればマクロ偏析には至らないと考えられる。樹間液相の流動の目安になるものが、流通抵抗であり、permeabilityとしてよく知られている。この値を小さくすれば、液相は流動せずにマクロ偏析を抑制できる。それを応用した考え方が組織制御によるマクロ偏析低減である、本研究ではこれを主課題として取り組む。

## 2. 研究の目的

上述のように、本研究プロジェクトの最終目的としては組織制御をすることによりマクロ偏析が低減できるか否かを明確にすることである。研究室規模の実験で、マクロ

偏析を故意に発生させることのできる鑄型およびマクロ偏析の簡易ではあるが精度の高い評価法は事前に確立していた(引用文献)。したがって、本研究の範囲としての目的は以下の3点である。

### (1) 組織制御法の確立

ここでは等軸晶組織が前提である。等軸晶のサイズと形態の複雑さを研究室規模の実験において、ある程度独立に制御する方策を確立する。具体的には Ti-B 系の微細化剤の添加量と鑄造後に印加する振動の振幅および振動数を変化して形態の変化を系統的に調べる。

### (2) 振動による形態複雑化のメカニズム

振動印加により凝固する固相の界面が複雑になる理由を明らかにする。これには直接観察が実験的には優れているため、エチルアルコール系の溶媒にプラスチック粒子を固相として入れたガラスセルを種々のモードで振動させ、液相と固相の相対運動を直接観察する。

### (3) マクロ偏析生成に及ぼす等軸晶サイズと形態複雑化の影響

(1)で等軸晶の分類として、「粗大でシンプル」、「粗大で複雑」、「微細でシンプル」、「微細で複雑」の4種類の等軸晶を作り分けることができれば、これらの組織形態になる鑄造条件で、故意にブリッジングを生起させることにより、マクロ偏析をラボサイズで再現することのできる鑄型に鑄造する。得られた鑄片を評価することにより、マクロ偏析生成に及ぼす等軸晶サイズと形態複雑化の影響を明らかにする。

## 3. 研究の方法

### (1) 組織制御法の確立

モデル合金として、Al-10wt%Cu合金を用いる。その理由は以下の4点である。融解温度が低く、ハンドリングが容易であること。等軸晶化するための微細化剤が知られており、その添加量によって等軸晶サ

イズを変化できること。SEMのBSE像により凝固組織が容易に観察できること。

初晶+共晶の組織となるが、共晶組織の量(=面積率)を測定することによりマクロ偏析を定量評価できること。合金200gを溶製し、Ti-B系の微細化剤を添加後半量ずつ、二つのアルミナるつぽに鑄造した。一つはそのまま完全凝固まで静置した。他の一つは鑄造後ただちに所定のモードで振動させた。微細化剤の添加量は0.005~0.2wt%まで4水準であり、振幅(mm)と振動数(Hz)の組み合わせは4水準で変化させた。完全凝固後、得られた鑄片の中央縦断面を切り出し、初晶アルミニウムの等軸晶サイズと形態複雑さを定量評価した。なお、複雑さはボックスカウント法によるフラクタル次元を用いた。

(2) 振動による形態変化のメカニズム検討  
パイレックスガラスで作成した、40mm×100mmのガラスセルにエチルアルコール系溶媒とプラスチック粒子を封入した。これを振動台上に固定し、所定の振動を与え、プラスチック粒子の挙動を直接観察した。ここでは相対運動を明確にするために、直接観察の視点に相当するビデオカメラを振動台上に固定した。

(3) マクロ偏析に及ぼす等軸晶サイズと形態複雑化の効果

Al-10wt%Cu合金を500g溶製し、故意にブリッジングを生起させることにより鑄片内にマクロ偏析を発生させることができる鑄型に鑄造した。組織形態の水準は、「粗大でシンプル」、「粗大で複雑」、「微細でシンプル」、「微細で複雑」の4種類である。得られた鑄片の中央縦断面を切り出し、SEMを用いて組織評価、偏析評価を行った。

#### 4. 研究成果

##### (1) 等軸晶の径と形態の制御

微細化剤の添加量を0.05wt%にした時の

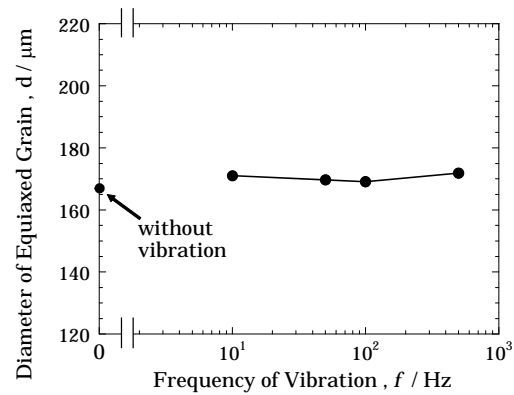


図1 印加した振動数と等軸晶粒径の関係  
等軸晶粒径と等軸晶の形態複雑さを表すフラクタル次元を評価した。振動数を横軸に取り、粒径を縦軸に取った図を図1に示す。これによると、等軸晶粒径は振動数によらず一定であり、サイズは微細化剤の添加量だけで決定できることがわかる。一方、等軸晶のフラクタル次元を評価した結果を図2に示す。多少のばらつきは認められるものの、フラクタル次元は振動数の増加に従って増加することが明らかである。これらから、等軸晶の径と形態の独立制御が可能であることが明らかとなった。

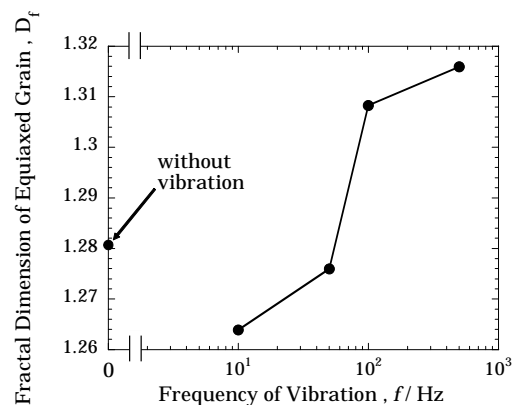


図2 印加した振動数と等軸晶のフラクタル次元

##### (2) 振動による等軸晶形態の複雑化機構

金属あるいは合金の凝固の際には、4~6%の体積収縮が起こる。等軸晶凝固の場合に、振動を印加すると、密度差に基づいて固液界面近傍に微小な流動が生じると推定される。その様子をエタノール系の溶媒と等軸晶に見立てたプラスチック粒子を用いた可



10 mm

図3 振動印加時の固液相の挙動観察視覚化実験を行った。その様子を図3に示す。振幅を一定にした場合、実験の範囲内で、振動数が大きくなるほど溶媒と粒子の相対運動が大きくなること、溶媒の粘度が小さいほど相対運動が大きくなること確認できた。これらの可視化実験の結果、振動印加により形態が複雑になったのは以下のようなメカニズムであると考えられる。凝固しつつある等軸晶が振動印加のために液相との相対運動が生じると、固液界面前

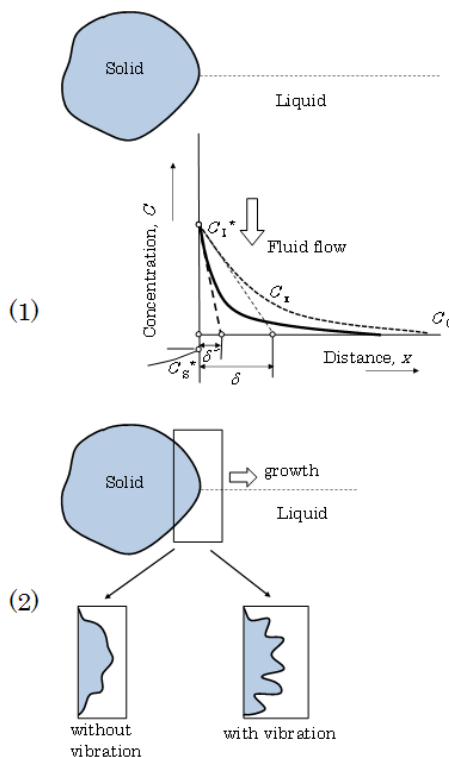


図4 振動の有無による等軸晶の成長  
(1) 固液前方の溶質拡散層  
(2) 振動有無での成長の様子

方に形成されている溶質拡散層が洗い流される(図4-(1))。この流動により、固液界面前方に形成された组成的過冷却領域が広がりかつ過冷却が大きくなり、固液界面がより不安定となり、多くの波動あるいは枝の発生が見られ、形態がより複雑になる(図4-(2))。可視化実験の結果、同一振幅の場合、振動数を増加するほど相対運動は激しくなったことから、固液界面近傍の微小な流動も激しくなると考えられる。そのため、等軸晶のフラクタル次元は振動数の増加とともに大きくなったものと考えられる。

### (3) 組織制御によるマクロ偏析低減

(1)で述べた予備実験の結果を受け、以下の条件で鑄造実験を行った。組織の定性的な表現は、「粗大でシンプル」、「粗大で複雑」、「微細でシンプル」、「微細で複雑」である。具体的な条件はそれぞれ、「微細化剤 0.05wt%、静置」、「微細化剤 0.05wt%、振動付与 500Hz」、「微細化剤 0.2wt%、静置」、「微細化剤 0.2wt%、振動付与 500Hz」である。得られた鑄片の中央縦断面を分析し、共晶面積率( $f_e$ )を求めた。その結果、それぞれ、43%、25%、25%、21%であった。共晶面積率は予備実験の結果、25%以上であればマクロ偏析発生、逆に15%以下であれば負偏析発生という判定ができるものである(引用文献)。また、得られた数値では低いほどマクロ偏析が軽微になると判断できる。

以上の基準に基づいて、マクロ偏析が発生しやすい順に組織形態を記述すると図5の通りである。「粗大でシンプル」な等軸晶では、マクロ偏析が発生した。しかし、「粗大で複雑」、「微細でシンプル」、「微細で複雑」な等軸晶ではマクロ偏析は発生しなかった。これらのマクロ偏析が発生しなかった等軸晶について、共晶面積率に基づいて順位づけると「粗大で複雑」~「微細でシンプル」>「微細で複雑」となる。

$f_c=43%$	>> $f_c=25%$	~ $f_c=25%$	> $f_c=21%$
「粗大で シンプル」	「粗大で 複雑」	「微細で シンプル」	「微細で 複雑」
マクロ偏析発生	マクロ偏析発生なし		

図 5 等軸晶形態と共晶面積率( $f_c$ )によるマクロ偏析評価

等軸晶が微細であるほど、凝固末期の固相間隙を流動する溶質や不純物を濃縮した液相の流動が起こりにくくなるために、マクロ偏析が軽微になったものと考えられる。同時に、等軸晶の形態が複雑であるほど、同様の効果を発揮したものと考えられ、マクロ偏析が軽微になったものと考えられる。

<引用文献>

佐藤文人, 江阪久雄, 篠塚計, アルミ合金を用いた小型実験でのマクロ偏析の解析、鉄と鋼, Vol.99, No.2, pp.101 ~ 107 (2013.2)  
佐藤文人, 江阪久雄, 篠塚計, マクロ偏析に及ぼす凝固組織サイズおよび形態の影響、鉄と鋼, Vol.99, No.2, pp.108 ~ 116 (2013.2)

5 . 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計 1 件)

E. Aritaka, H. Esaka and K. Shinozuka, Mechanism for complex morphology due to mechanical vibration  
ISIJ Int., Vol.56, No.8 (2016.08)  
掲載決定、査読あり、doi 未決定

[学会発表](計 4 件)

有高瑛一, 江阪久雄, 篠塚計, Al 合金を用いた等軸晶の粒径と形態の独立制御の試み、日本鉄鋼協会 第 166 回春季講演大会, (2013.9)金沢

有高瑛一, 江阪久雄, 篠塚計, 透明有機物を用いた凝固末期流動の可視化実験の試み、日本鉄鋼協会 第 166 回春季講演大会, (2014.3)東京

有高瑛一, 江阪久雄, 篠塚計, 凝固組織形態に及ぼす機械的振動の影響、日本鉄鋼

協会 第 168 回春季講演大会,(2014.9)名古屋

有高瑛一, 江阪久雄, 篠塚計, 等軸晶の径と形態の制御によるマクロ偏析低減の可能性、日本鉄鋼協会 第 170 回秋季講演大会シンポジウム、(2015.9)福岡

6 . 研究組織

(1)研究代表者

江阪 久雄 (ESAKA, Hisao)  
防衛大学校・電気情報学群 機能材料工学科・教授  
研究者番号：40531992

(2)研究分担者

なし

(3)連携研究者

篠塚 計 (SHINOZUKA, Kei)  
防衛大学校・電気情報学群 機能材料工学科・助教  
研究者番号：30546065