

# 半溶融・半凝固金属の固相率の測定法— 1

A New Method to Detect Solid Fraction of Mashy/Semi-Solid Metals · 1

木内 学\*・杉山 澄雄\*  
Manabu KIUCHI and Sumio SUGIYAMA

## 1. はじめに

半溶融・半凝固金属の製造ならびに加工技術の開発に際しては、当該金属材料の固相率（固相成分の重量比）の測定技術の確立が不可欠である。これまで、半溶融・半凝固金属の固相率の測定または推定は、(1)状態図を用い横杆関係から求める方法、(2)半溶融・半凝固状態にある金属材料を急冷し、その凝固組織から液相成分と固相成分の面積割合を算出し求める方法、(3)半溶融・半凝固状態での金属材料の圧縮変形抵抗を求め、その値より推定する方法<sup>1)</sup>、などによって行われてきたが、いずれの方法にも適用上の制約・限界があり、特に、製造・加工プロセス中での固相率の測定に有効な方法とはいえない。

筆者らは、半溶融・半凝固金属材料の固相率の測定技術の確立を目指し、同状態にある金属材料の二点間の電位差（または電気抵抗<sup>2)</sup>）を計測することにより、固相率を間接的に求める手法について検討したので報告する。

## 2. 測定原理

固体状態にある金属材料の電気抵抗に関しては下記に示すマティーセン (Mathiesen) の法則が成り立つ。

$$\text{比抵抗} = \text{不純物や格子欠陥による抵抗 (A)} + \text{格子振動による抵抗 (B)}$$

ただし、(A)は温度に依存せず一定であり、(B)は温度に依存する、ことが実験的に確認されている。また、金属材料が融点直下の固体状態から熔融状態に変化した場合、半導体のような特殊な材料を除き、熔融状態での比抵抗は融点直下の固体状態のそれに比べ1.5～2倍程度大きくなることが知られている。

本研究で開発を試みた固相率の測定法は、上記経験則をもとに考案されたものであり、半溶融・半凝固状態にある金属材料では、固液界面あるいは液相内の格子不整が液相成分の増加に比例して多くなり、比抵抗もこれに

\*東京大学生産技術研究所 第2部

比例して増大するとの予想にもとづき、この比抵抗の増大を固相率の測定に利用しようとするものである。

## 3. 測定方法・条件

図1に測定方法の概略を示す。すなわち、当該金属材

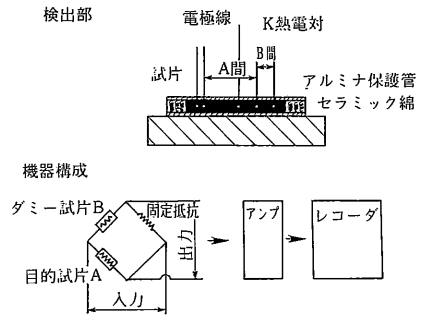


図1 測定法の概略

料の固体から熔融状態までの比抵抗の変化を連続して測定するために、測定試片（棒・線）をアルミナ保護管に挿入し、これを加熱炉の中に入れ、測定試片の2点間の電位差（または電気抵抗）を測定する。ただし、熱起電力などの浮遊起電力が測定結果に与える影響を防ぐために、測定試片の2箇所 (A間, B間,  $A \neq B$ ) の電位差（または電気抵抗）を測定し、その差を求める。具体的には、図1に示すブリッジ回路を構成し、0.8Aの一定電流を回路に流し、固定抵抗を100Ωとし、目的試片Aとダミー試片Bの間で発生する電位差を約5000倍に増幅し検出する。図2は、測定試片をアルミナ保護管に挿入し、電極なら

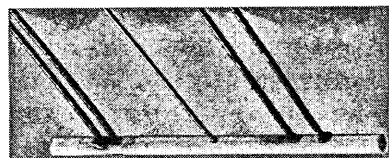


図2 測定サンプル

研究速報

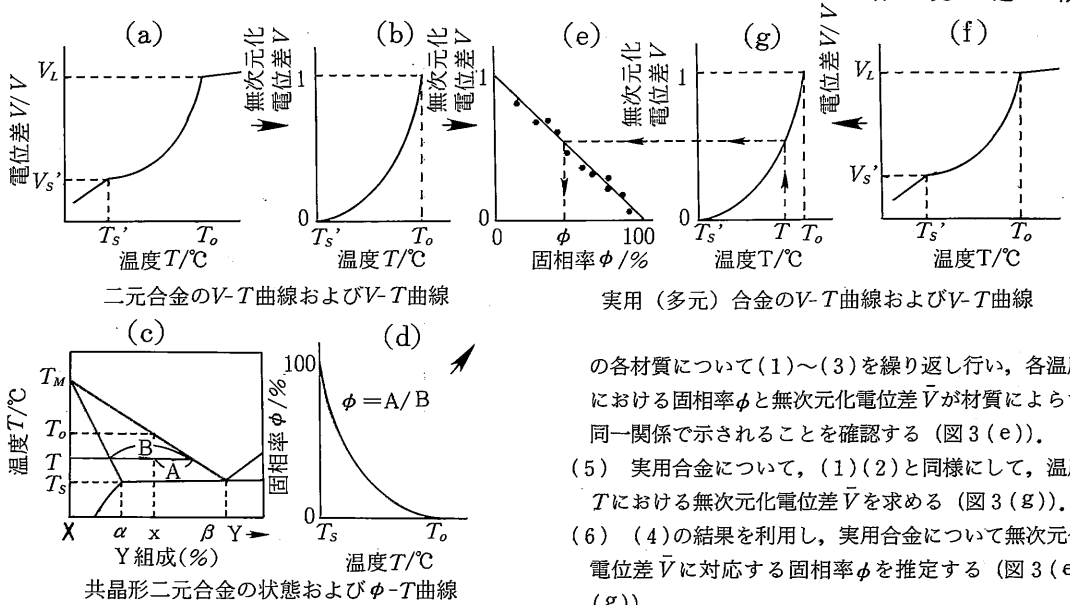


図3 実用(多元)合金の固相率φを求める手順

びに熱電対を取り付けた状態を示す。

測定試片の材質は、二元合金の中から、Pb-Sn系のPb-21%Sn合金、Pb-29%Sn合金、Pb-38%Sn合金、Al-Cu系のAl-8%Cu合金、Al-9%Cu合金の合計5種類を選び、実用(多元)合金として、A2011、A2017、A5056、A7075、AC7A、ADC12の6種類を選択し、検討対象とした。なお、アルミニウム鋳物合金のAC7A、ADC12を除いてほかの試片はすべて押し出し加工により作製し、試片内部に空孔などの欠陥が残らないように注意した。

次に、実用(多元)合金の固相率φを推定する手順を以下に示す。

- (1) 温度と固相率との関係が既知である二元合金を対象として、温度Tと電位差Vとの関係を測定する。測定データから、液相線温度(融点)T<sub>o</sub>とそれの場合の電位差V<sub>L</sub>、ならびに凝固点T<sub>s</sub>'とそれの場合の電位差V<sub>s</sub>'を検出する(図3(a))。

- (2) 同合金の温度Tにおける無次元化電位差V̄を次式から求める(図3(b))。

$$\bar{V} = (V - V_s') / (V_L - V_s') \dots\dots\dots(1)$$

- (3) 同合金の温度Tにおける固相率φ(%)を、状態図を用い、次式の傾杆関係から求める(図3(d))。

$$\phi = \{ (T_M - T_s) \cdot (T_o - T) \cdot (\beta - x) \} / \{ (T_o - T_s) \cdot (T_M - T) \cdot (\beta - \alpha) \} \times 100 \quad (2)$$

ただし、 $x = (T_M - T_o) / (T_M - T_s) \times \beta$ であり、T<sub>M</sub>、T<sub>s</sub>、α、βは状態図の値を用いる。

- (4) 式(1)(2)から、同合金の温度Tにおける固相率φと無次元化電位差V̄を求める。同様にして二元合金

の各材質について(1)~(3)を繰り返し行い、各温度における固相率φと無次元化電位差V̄が材質によらず同一関係で示されることを確認する(図3(e))。

- (5) 実用合金について、(1)(2)と同様にして、温度Tにおける無次元化電位差V̄を求める(図3(g))。
- (6) (4)の結果を利用し、実用合金について無次元化電位差V̄に対応する固相率φを推定する(図3(e)(g))。

- (7) 以上の手順により、実用合金に関する温度Tと固相率φの関係を求める。

4. 測定結果

4.1 測定条件が電位差V-温度T曲線および無次元化電位差V̄-固相率φ曲線におよぼす影響

図4は、二元合金について、試片の長さを一定とし、試片直径を4mm、5mm、9mmと変化させた場合の、試片直径が電位差V-温度T曲線におよぼす影響を示す。試片の横断面積の減少に比例し実際に検出される電位差が減少してくることがわかる。

図5は、図4をもとに、二元合金について、無次元化電位差V̄と固相率φとの関係を求めた結果を示す。図から無次元化電位差V̄と固相率φとが直線関係を有していることがわかる。なお、試片直径が大きくなるにしたがい両者の直線関係が多少ずれてきているが、これは試片が太くなるにしたがい均一な半溶融・半凝固状態が試片内部で形成されにくくなり、試片の中心部と外周部とで固相率が若干異なってくるためと推定される。

図6は、同じく二元合金について試片の直径を一定とし、試片長さを65mm、45mm、20mmと変化させた場合の、試片長さが電位差V-温度T曲線におよぼす影響を示す。試片長さの減少に比例し検出される電位差が減少することがわかる。

図7は、図6をもとに無次元化電位差V̄と固相率φとの関係を求めた結果を示す。いずれの場合も試片長さに関係なく、ほぼ同一直線で示されることがわかる。

図8は、昇温時ならびに降温時の違いが電位差V-温

研究 速 報

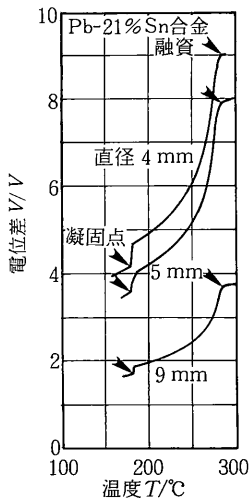


図 4 試片直径が電位差  $V$  と温度  $T$  との関係におよぼす影響

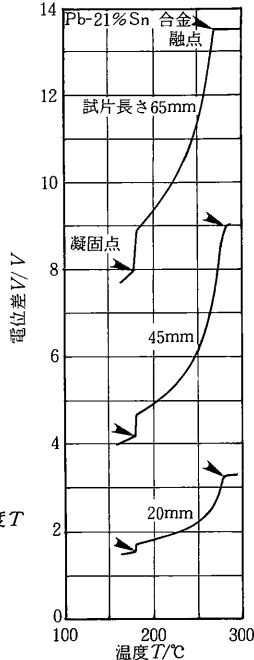


図 6 試片長さが電位差  $V$  と温度  $T$  との関係におよぼす影響

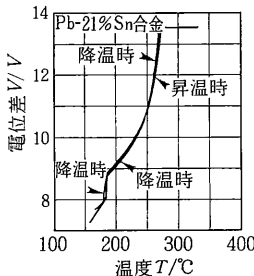


図 8 昇温時ならびに降温時の違いが電位差  $V$  温度  $T$  曲線におよぼす影響

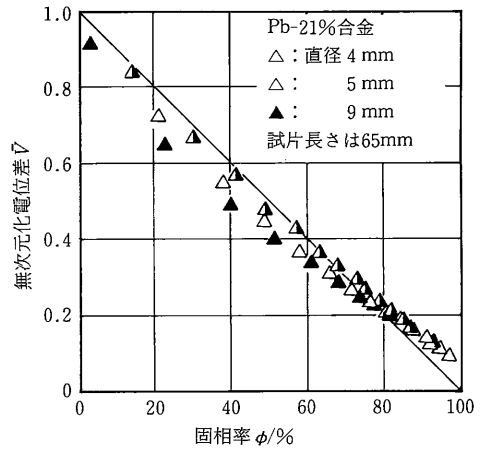


図 5 試片直径が無次元化電位差  $\bar{V}$  と固相率  $\phi$  との関係におよぼす影響

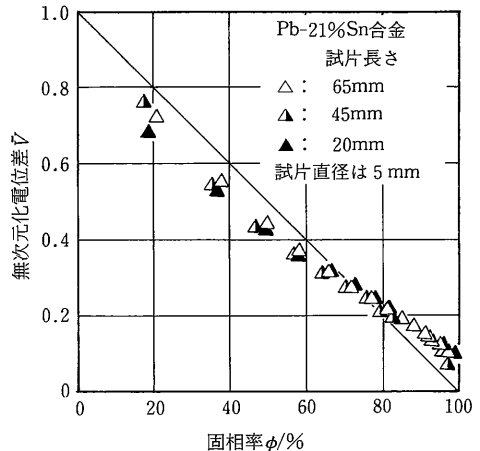


図 7 試片長さが無次元化電位差  $\bar{V}$  と固相率  $\phi$  との関係におよぼす影響

度  $T$  曲線におよぼす影響を示す。図から昇温時・降温時の測定結果は互いによい一致を示していることがわかる。また、昇・降温速度が電位差  $V$ -温度  $T$  曲線におよぼす影響を調査した結果、昇温速度が  $1.7 \sim 9.7^\circ\text{C}/\text{min}$ 、降温速度が  $1.5 \sim 6.8^\circ\text{C}/\text{min}$  の範囲ではほとんど  $T$ - $V$  曲線に影響をおよぼさないことがわかった。

4.2 Pb-Sn合金ならびにAl-Cu合金の無次元化電位差  $\bar{V}$  と固相率  $\phi$  との関係

図 9 は、Pb-Sn合金 3種類、Al-Cu合金 2種類の二元合金についての温度  $T$  と電位差  $V$  の測定値を、上述に示した方法により無次元化電位差  $\bar{V}$  と固相率  $\phi$  との関係に換算し整理した結果を示す。図から、材種によらず無次元化電位差  $\bar{V}$  と固相率  $\phi$  (%) の関係は次式で示すようにほぼ同一の直線で示されることがわかる。

$$\bar{V} = -C_1\phi + 1.0 \quad \text{ただし } C_1 = 0.01$$

5. 実用 (多元) 合金の固相率の推定

図10は、図中に示すアルミニウム系実用合金について、

本測定法により求められた固相率と図11に示す組織凍結法から求めた固相率との比較を示す。図から、低固相率から高固相率まで、本測定法によって求めた固相率と組織凍結法から求めた固相率とは比較的良好一致を示し、本測定法の妥当性が確認できる。

図11は、組織凍結法により観察された実用合金の内部組織、ならびに内部組織観察から液相成分と固相成分の面積割合を求め、固相率に換算した結果の一例を示す。組織凍結法では、固相・液相の分布状態が直接観察できるなどの長所がある反面、低固相率の場合、固相成分と液相成分の偏在が顕著となり、固相率の測定に誤差を含みやすくなるなどの点に注意する必要がある。

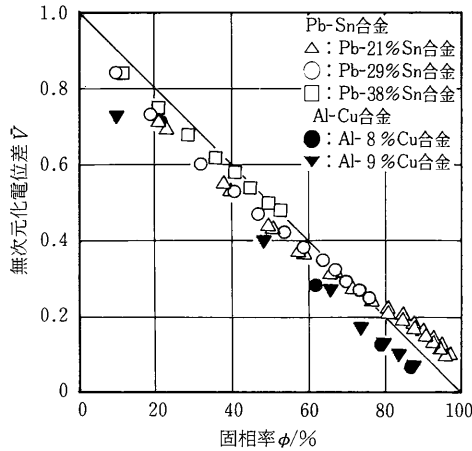


図9 Pb-Sn合金およびAl-Cu合金の無次元化電位差  $\bar{V}$  と固相率  $\phi$  との関係

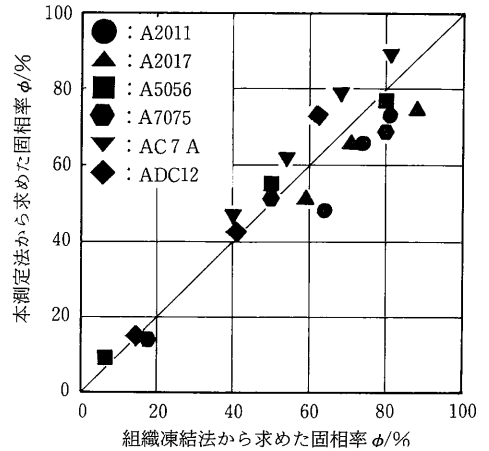


図10 本測定法から求めた固相率と組織凍結法から求めた固相率との比較

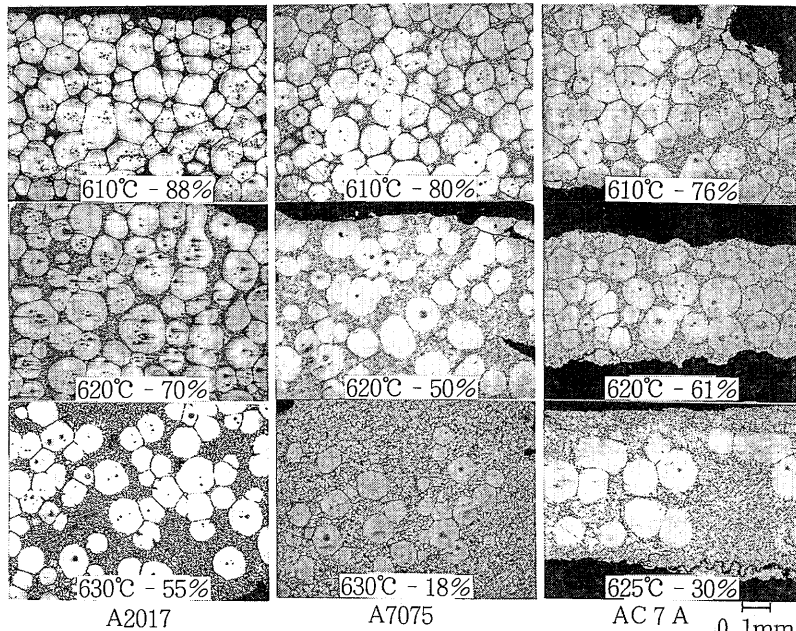


図11 組織凍結法による実用合金の内部組織ならびに温度と固相率の関係

### 6. ま と め

Pb-Sn合金, Al-Cu合金の各種二元合金を対象として検討し, 半溶融・半凝固状態下では金属の液相成分の増加に比例して, 無次元化電位差が直線的に増加することを確認した。また, 上述の二元合金の測定結果をもとに, 実用(多元)合金の固相率の推定方法を提案し, この方法により求めた固相率と組織凍結法から求めた固相率とを比較した結果, 両者の間におおむねよい一致を見た。

金属材料の電気的特性を利用して固相率を推定する本システムを応用することによって, 固相率のインライン測定の可能性がでてきたと思われる。なお, 本研究は(財)金属系材料研究開発センターとの協力に基づいて行われたものである。(1991年8月14日受理)

### 参 考 文 献

- 1) 木内・杉山・新井: 塑性と加工, 20-223 (1979), 762.
- 2) 長村・中村: 軽金属, 33-1 (1983), 55.