

図2-39 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A3204)

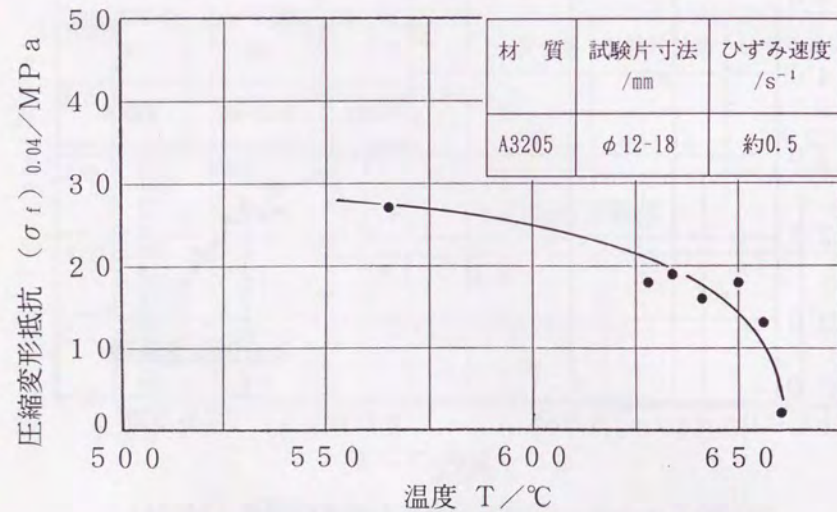


図2-40 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A3205)

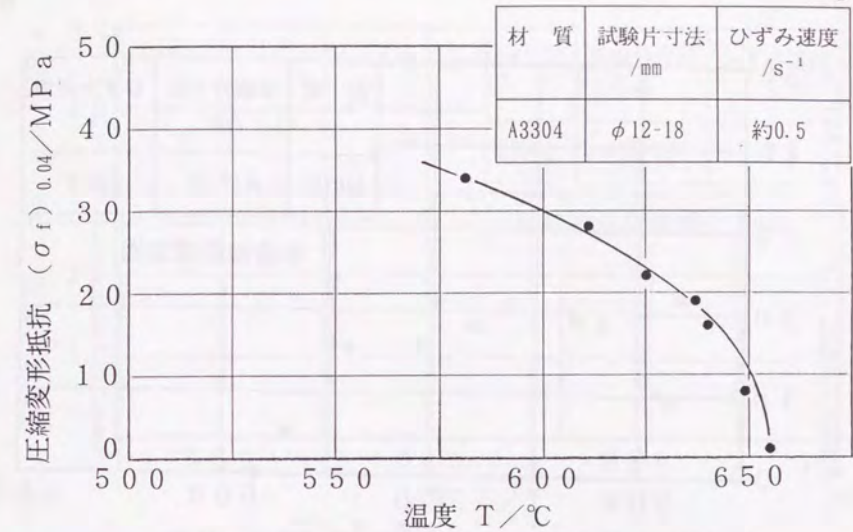


図2-41 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A3304)

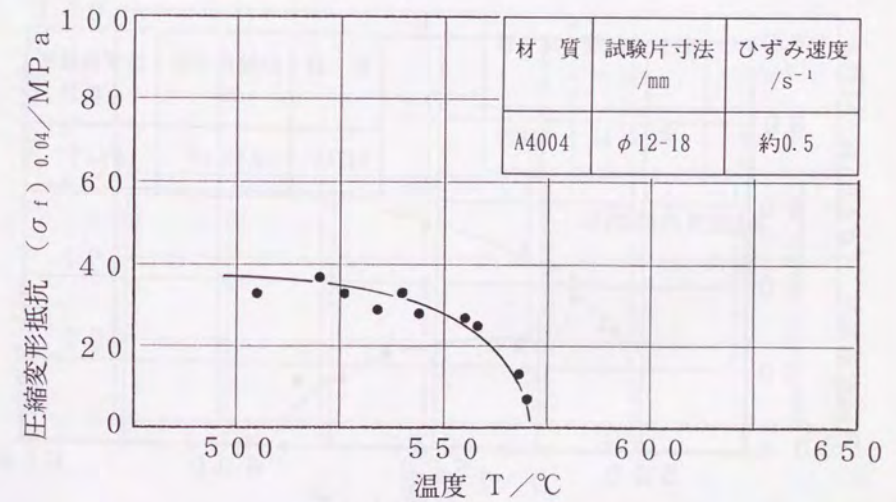


図2-42 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A4004)

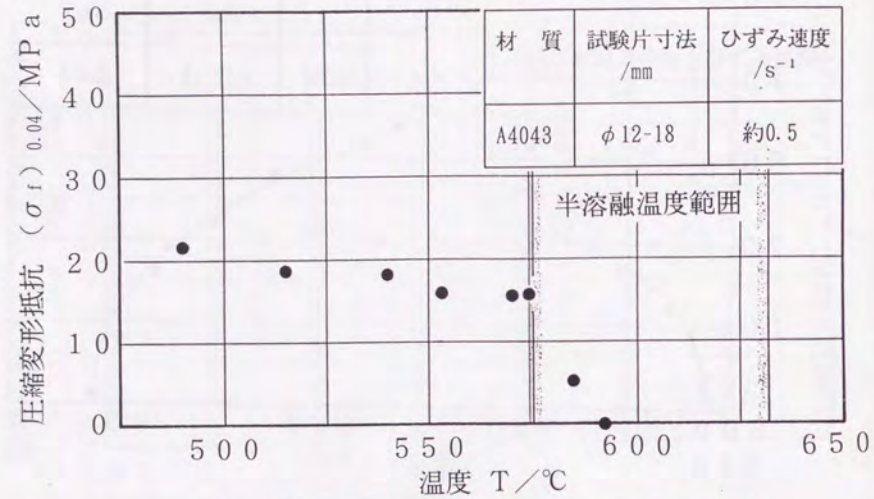


図 2-4 3 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A4043)

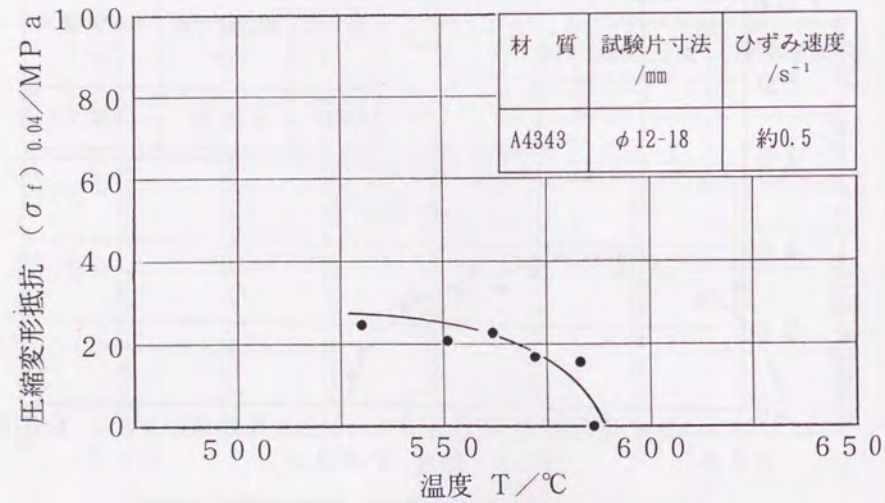


図 2-4 4 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A4343)

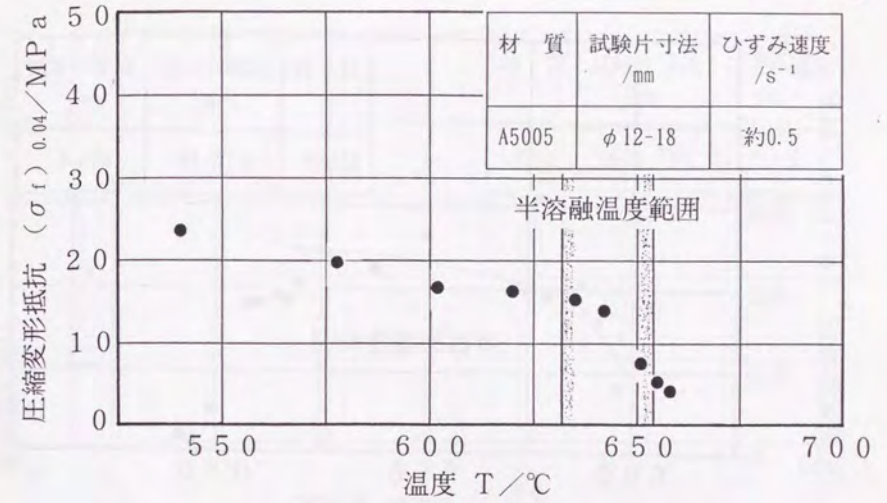


図 2-4 5 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A5005)

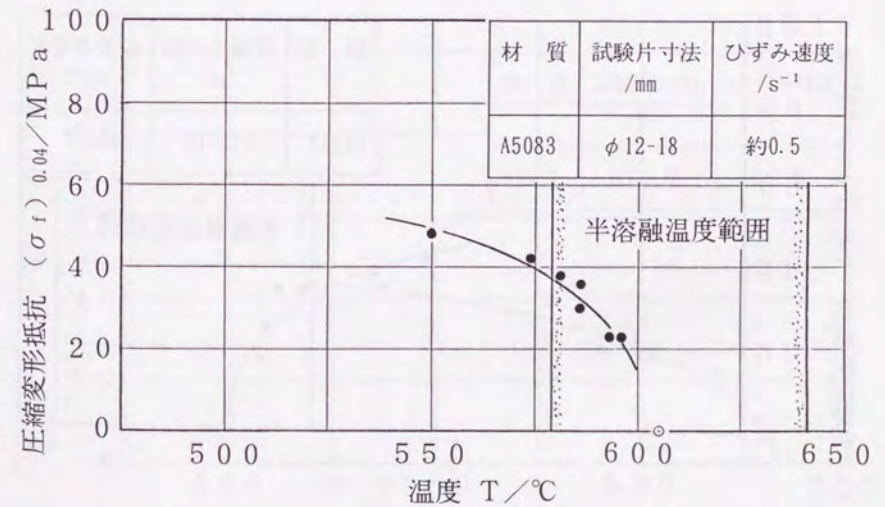


図 2-4 6 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A5083)

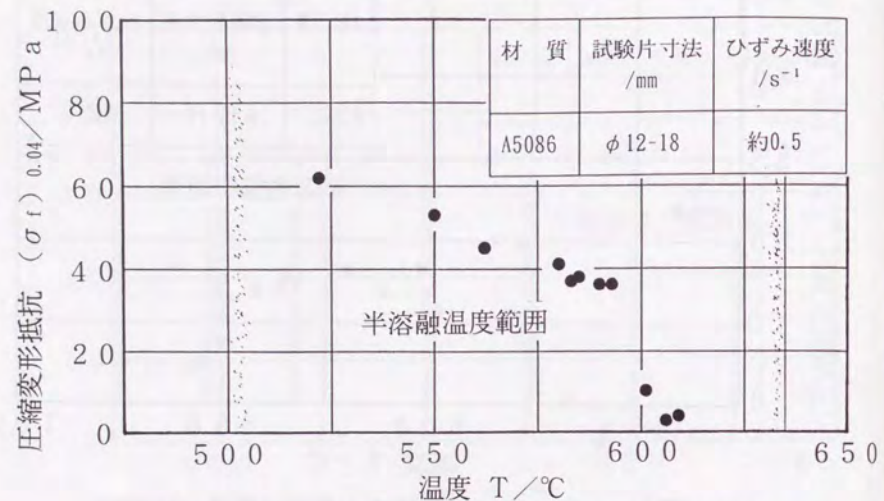


図 2-47 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A5086)

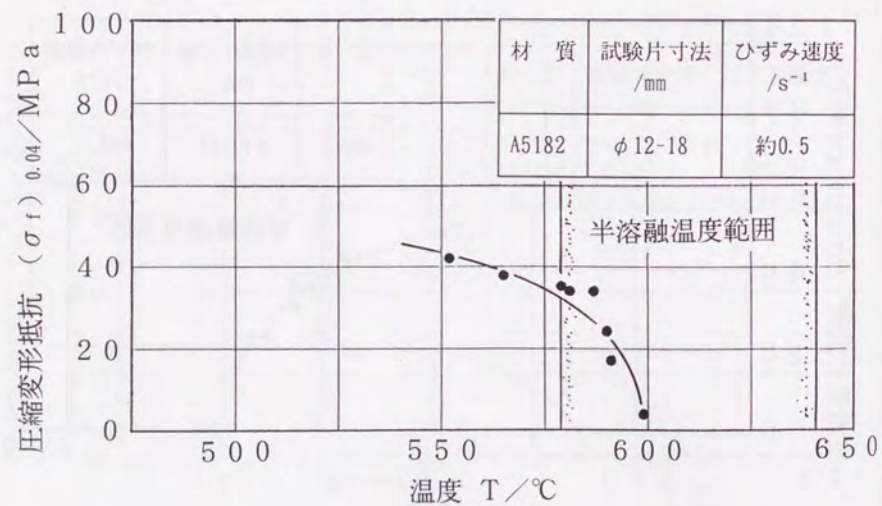


図 2-48 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A5182)

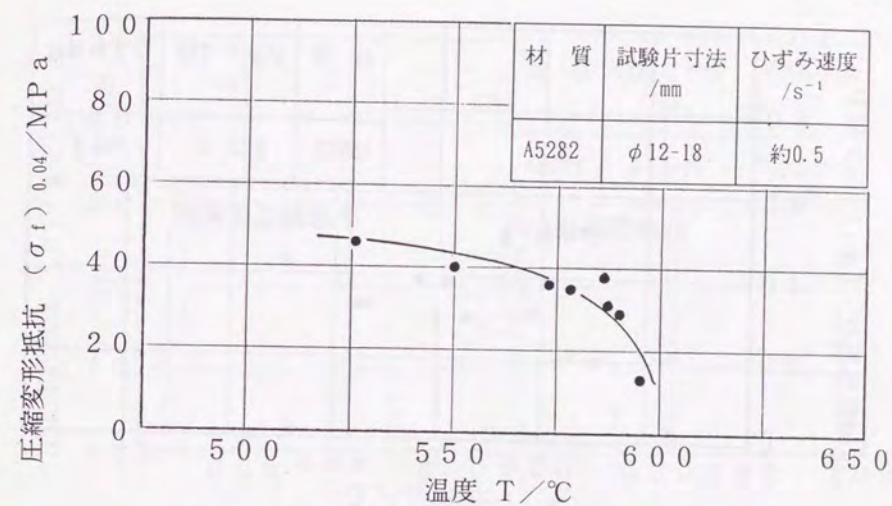


図 2-49 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A5282)

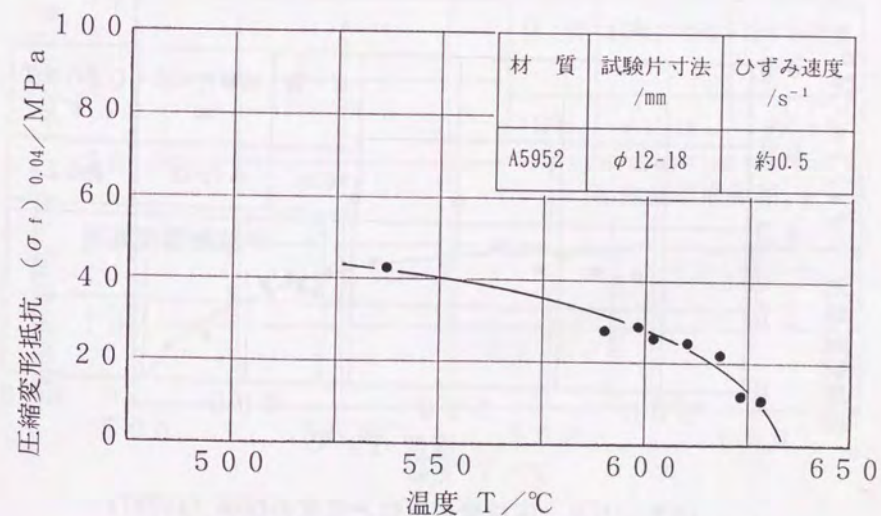


図 2-50 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A5952)

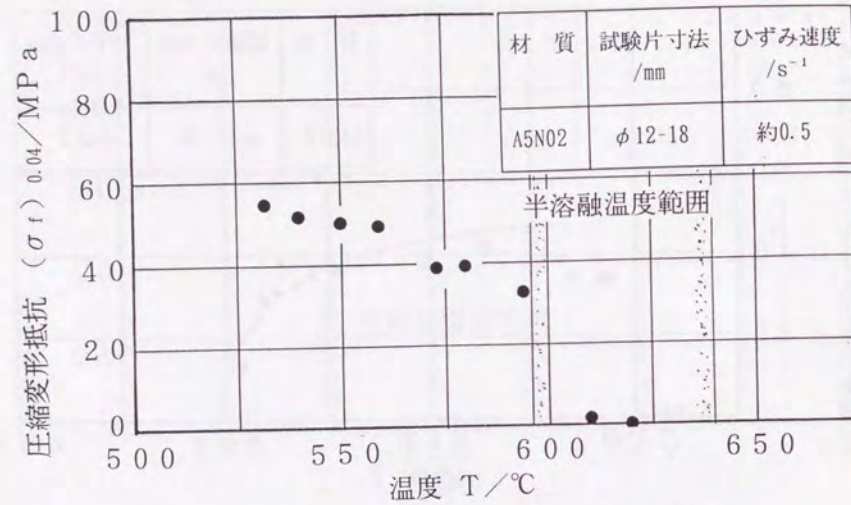


図 2-5 1 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A5N02)

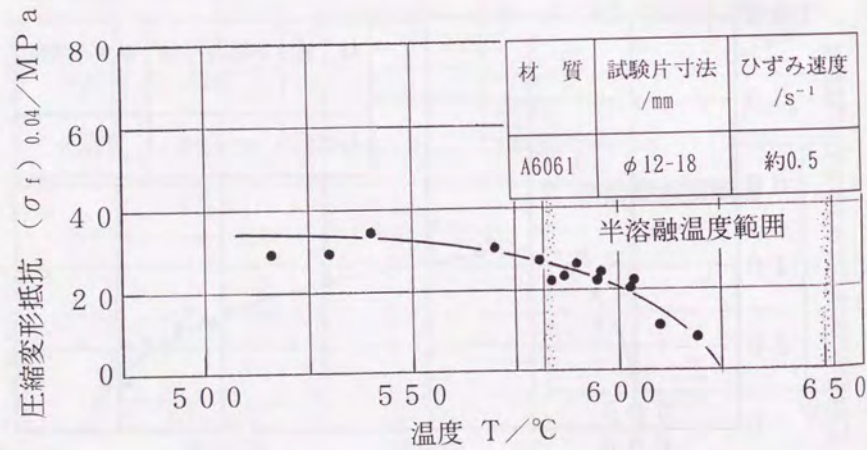


図 2-5 2 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A6061)

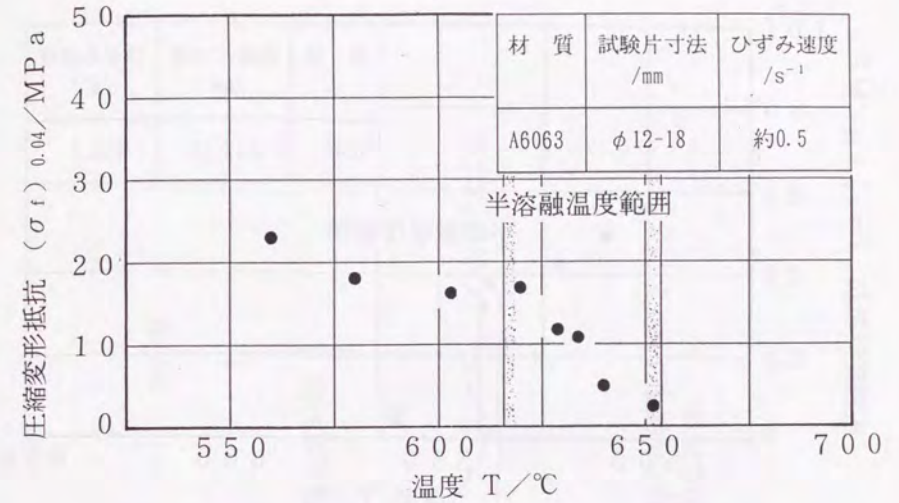


図 2-5 3 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A6063)

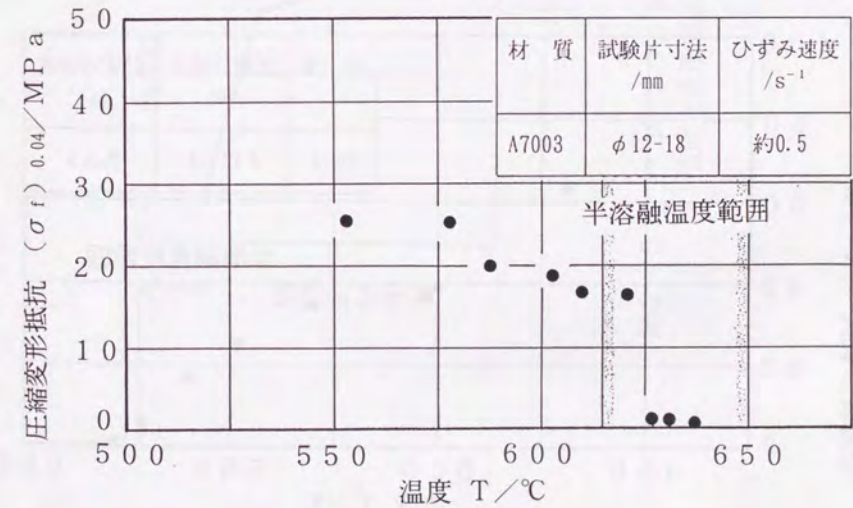


図 2-5 4 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A7003)

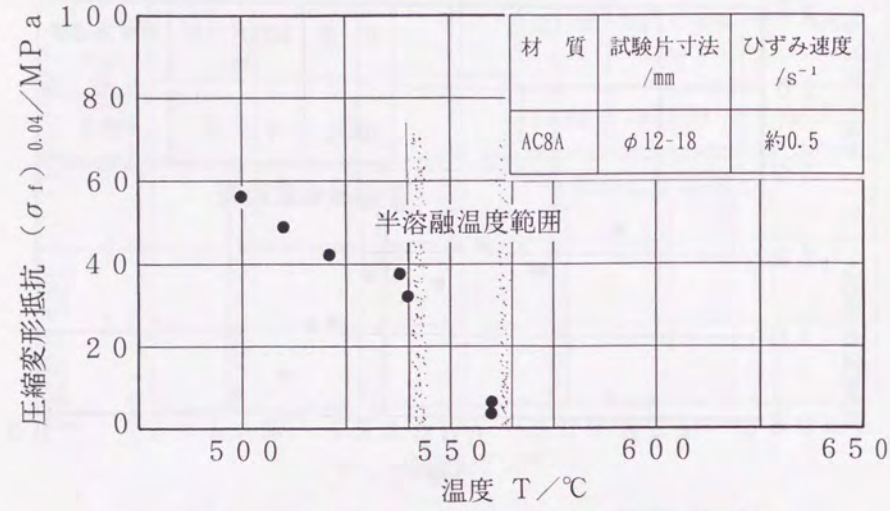


図 2-55 圧縮変形抵抗と温度の関係 (AC8A)

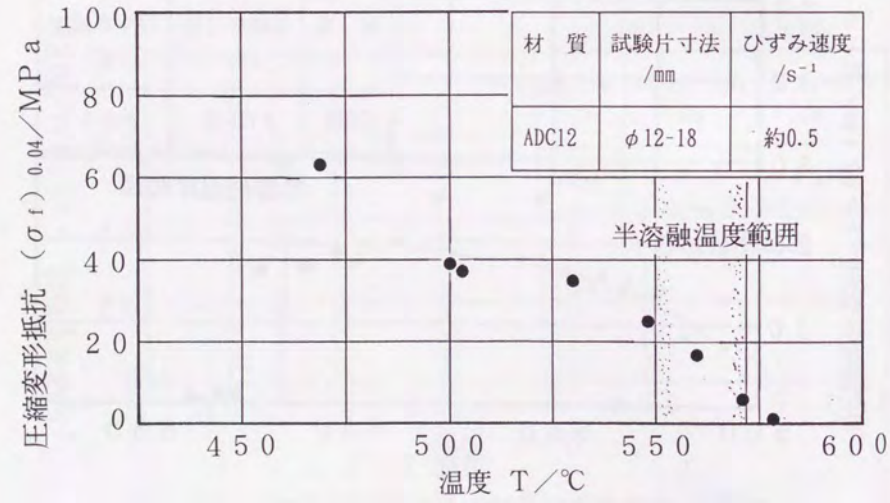


図 2-56 圧縮変形抵抗と温度の関係 (ADC12)

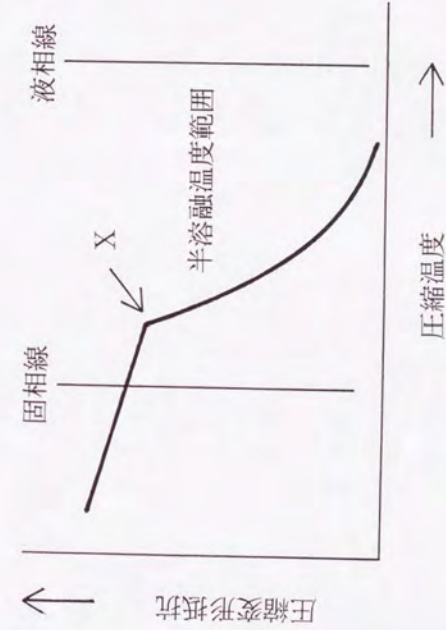
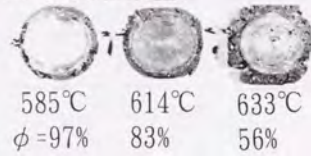
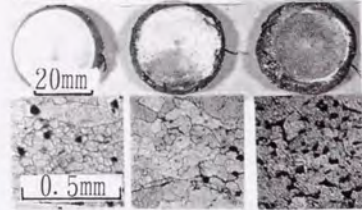


図 2-57 アルミニウム合金伸材の半熔融状態における温度と変形抵抗の一般的な関係

Al-0.93%Si合金

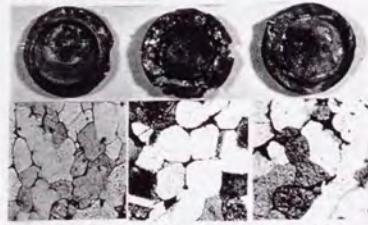


Al-5.7%Cu合金



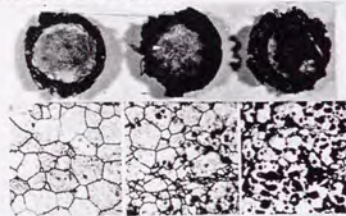
548°C $\phi=100\%$ 584°C 90% 602°C 80%

Cu-35%Zn合金



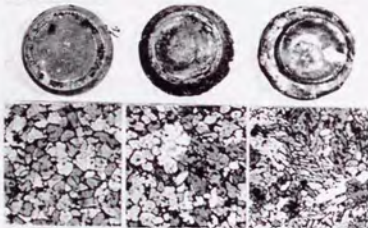
899°C $\phi=96\%$ 901°C 84% 906°C 59%

Al-13.7%Mg合金



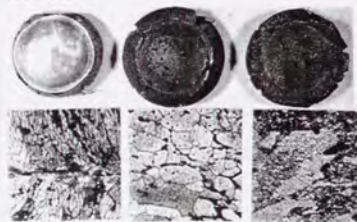
457°C $\phi=99\%$ 506°C 79% 531°C 58%

C3602



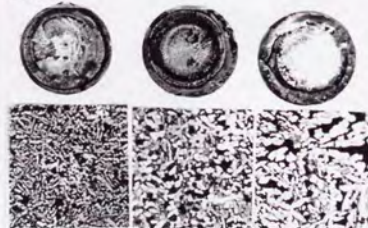
871°C 876°C 879°C

A7075



525°C $\phi=100\%$ 533°C 96% 541°C 92%

C3604



864°C 866°C 874°C

図 2-58 圧縮変形後の試験片の外観および内部組織
(試験片中央部)

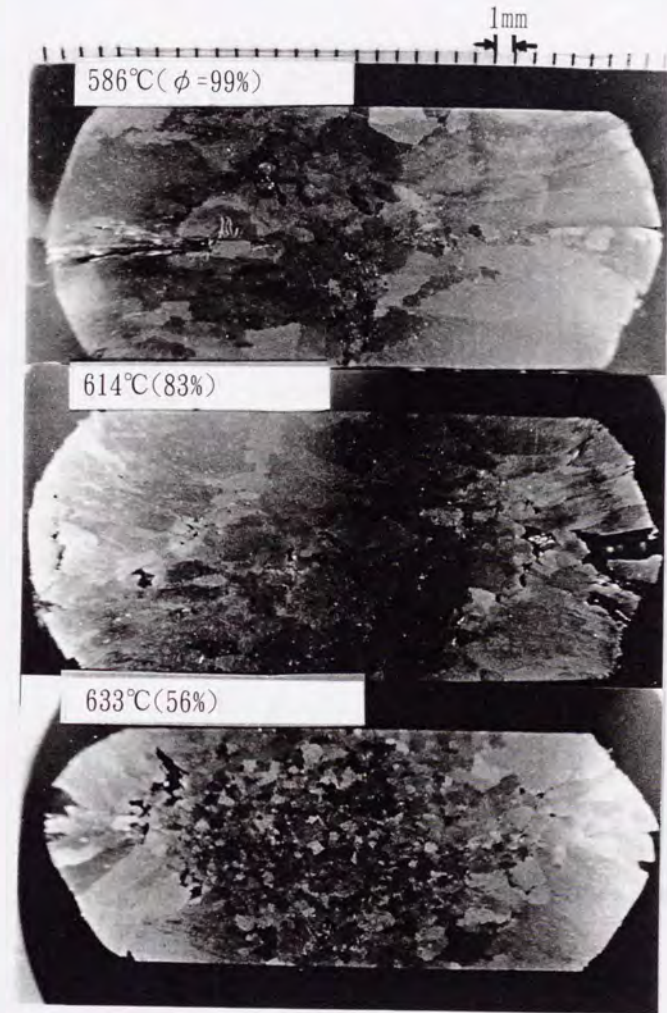
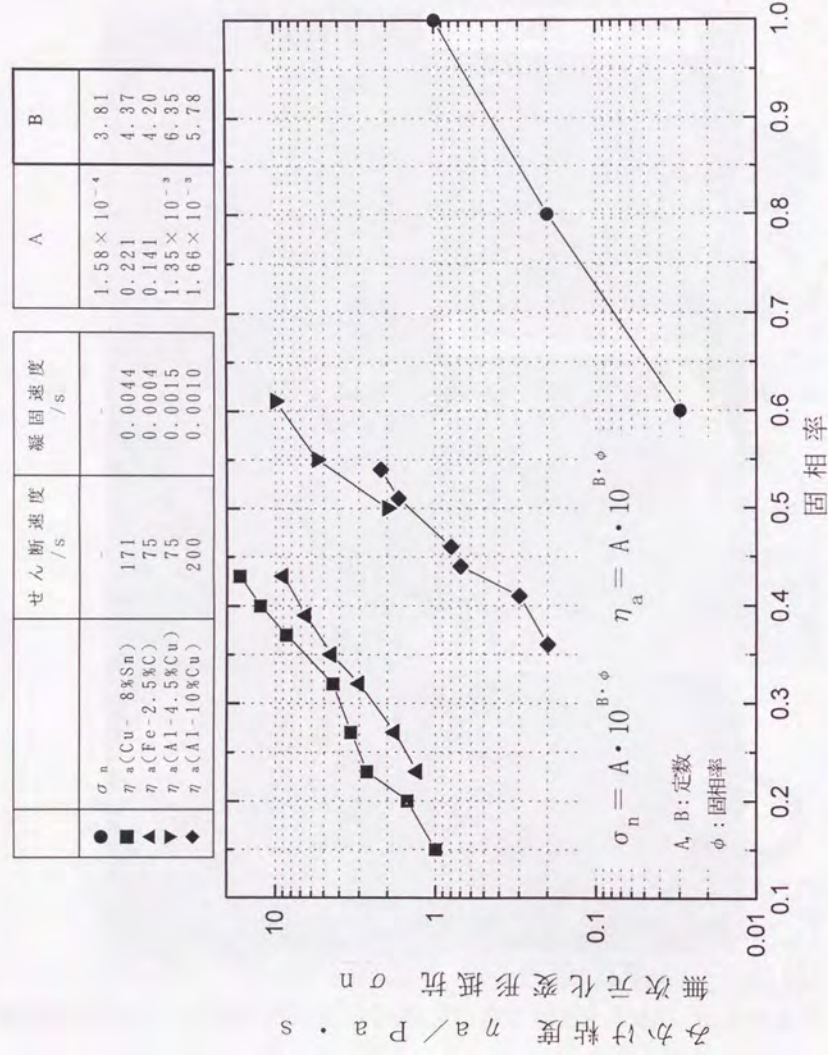


図 2-59 Al-0.93%Si合金の圧縮変形後の内部組織 (試験片横断面)



第3章 半熔融（半凝固）金属の固相率推定法の提案

3.1 緒言

半熔融・半凝固加工において、被加工材料の固相率（材料全体に占める固相成分の重量割合）または液相率を知ることは、加工条件を選定する上で重要である。これまで、半熔融・半凝固金属の固相率の推定は、(a)状態図を用い槓杆関係から求める方法（状態図法）、(b)半熔融・半凝固状態にある金属材料の急冷凝固組織から元の液相・固相成分の割合を求める方法（急冷凝固法）、などによって行われてきた。しかし、一般に状態図は準静的な温度管理のもとで作製されるのが普通であり、急冷効果や攪拌効果まで考慮した状態図は少なく、さらに多元合金の状態図は複雑であり上記目的に使用できる種類も限られている。また、急冷凝固法では結果を得るまでに時間と労力を要するなどの限界がある。

近年、半熔融・半凝固加工中での固相率のインライン測定（推定）技術の開発を目指し、凝固時の潜熱の放出量から固相率を推定する試み^{8) 10)}、粘度と固相率との検定曲線をあらかじめ作成し、粘度の測定値から固相率を推定する試み、あるいは超音波を利用した固相率測定の試み^{8) 8)}などが行われている。いずれの方法にも適用上の制限・制約があり必ずしも一般性のある方法とはいえない。

本章では、固相率推定の新たな試みとして、(a)半熔融・半凝固状態での金属材料の（圧縮）変形抵抗を求め、その値をもとに推定する方法、ならびに、(b)半熔融状態あるいは半凝固状態にある金属材料の二点間の電位差（または電気抵抗）を計測し、その値をもとに推定する方法について提案する。

3. 2 変形抵抗から固相率を推定する方法^{1) 3) 4)}

3. 2. 1 はじめに

第2章において各種合金材料の半溶融金属の変形抵抗を測定した。その結果、一部の金属を除外し、変形抵抗におよぼす液相成分の役割はほぼ同じであることが判明した。本節ではこの結果を利用し固相率の推定を試みる。半溶融金属の変形抵抗は半溶融加工にとって重要な因子であり、それによって固相率の推定も可能となるならば、金属の変形抵抗—固相率の関係を統一的に記述でき、半溶融加工の実験解析や数値解析において大いに役立つものと思われる。

3. 2. 2 固相率推定の根拠

半溶融金属全体の変形抵抗を、それぞれ固相成分の変形抵抗と液相成分の流動抵抗とに分けて考えた場合、固相成分の変形抵抗と液相成分の流動抵抗とは大きな差がある。その差は液相成分の流動抵抗の材質の相違による差に比較すれば相対的に非常に大きいものと考えられる。そこで、各材質について結晶粒の形状や粒度がほぼ等しいかあるいはまた巨視的にみた試験片の寸法に比較して個々の結晶粒の寸法が十分小さい場合には、更に試験片の巨視的な変形に含まれる個々の結晶粒の変形量や回転量および結晶粒間のすべり量の割合が同程度であるとすれば、液相成分の存在による変形抵抗の低下の度合いは材質が異なっても同程度に起こり得ることが推論できる。この推論を根拠とし以下の方法により固相率の推定を行った。

3. 2. 3 推定方法

第2章で示した要領で、当該金属材料の半溶融圧縮変形抵抗を求める。本研究で用いた試験片の材種としては、二元合金の中から、Pb-19.2%Sn合金・Al-13.7%Mg合金・Al-5.7%Cu合金・Al-0.93%Si合金・Cu-35%Zn合金の合計5種類を選び、実用（多元）合金としては半溶融温度範囲域が比較的広く、一般によく使用されているアルミニウム合金A2011・A2017・A5056・A7075・ADC12の合計5種類を選び検討した。具体的な手順を以下に示す。

- (a) まず、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 と変形抵抗 $\sigma_{0.04}$ との関係を求める。得られた結果から、固相線温度 T_s での変形抵抗 $\sigma_{0.04}^*$ を求める（図3-1(b)）。
- (b) 同合金の温度 T における無次元化変形抵抗 σ_a を次式から求める。
- $$\sigma_a = \sigma_{0.04} / \sigma_{0.04}^* \quad (1)$$
- (c) 同合金の温度 T における固相率 ϕ （%）を、状態図を用い、次式に示す横杆関係から求める（図3-1(d)）。

$$\phi = \{(T_M - T_s) \cdot (T_s - T) \cdot (\beta - x)\} / \{(T_0 - T_s) \cdot (T_M - T) \cdot (\beta - \alpha)\} \times 100 \quad (2)$$

ただし、 $x = (T_M - T_0) / (T_M - T_s) \times \beta$ であり、 T_M , T_s , α , β は状態図の値を用いる。

- (d) 式(1)(2)から、同合金の温度 T における固相率 ϕ と無次元化変形抵抗 σ_a を求める。二元合金の各材質について(1)~(3)を繰り返し行い、各温度 T における固相率 ϕ と無次元化変形抵抗 σ_a が材質によらず同一関係で示されることを確認する（図3-1(e)）。
- (e) 次に、実用（多元）合金についても(a)(b)と同様にして、温度 T における無次元化変形抵抗 σ_a を求める（図3-1(h)）。
- (f) (e)の結果を(d)と対応させ、温度 T ・無次元化変形抵抗 σ_a ・固相率 ϕ の三者間の関係から、実用（多元）合金の温度 T に対する固相率 ϕ が推定できる。

3. 2. 4 固相率推定結果

実用（多元）アルミニウム合金を例に取り、固相率 ϕ の具体的な推定方法・結果を以下に示す。

- (a) 一軸圧縮試験から求められた圧縮変形抵抗 $\sigma_{0.04}$ と温度 T の関係を求める（図3-2~図3-6参照）
- (b) 無次元化変形抵抗 σ_a と温度 T の関係式に換算する。
- (c) 図3-7に示す二元合金による無次元化変形抵抗 σ_a と固相率 ϕ の関係式から、無次元化変形抵抗 σ_a を共通項としこれを消去することにより固相率 ϕ と温度 T の関係が求まる。

アルミニウム合金の固相率の推定結果を表3-1、図3-8に示す。図3-8から、実用合金の高固相率域での推定が可能である。また、図中に示す小文字の記号は組織凍結法での推定値であり、組織凍結法と併用することで、高固相率域から低固相率域まで、全域での固相率の推定が可能となる。

3. 2. 5 本推定法の制限・制約

本推定法には以下に示す制限・制約がある。

- (a) 本推定法は、試験片が自重で崩壊し変形抵抗が計測できない領域での固相率の推定は不可能である。したがって、圧縮変形抵抗の測定が可能で、高固相率域（固相率約80%以上）で有効である。
- (b) 本推定法を適用するに当たっては、液相成分の存在による変形抵抗の低下の度合いが材質によらず同程度に起こり得ることが重要である。これを満足する条件、すなわち、各材質について結晶粒の形状や粒度がほぼ等しく試験片の寸法に比較して個々の結晶粒の寸法が十分小さいことが必要である。Al-Si

合金のような結晶粒子が巨大化した場合、あるいは過共晶合金のような晶出物・析出物が多量に含有される場合には何らかの補正が必要となる。

(c)(b)と関連し、同じ固相率において、半溶融状態における金属（合金）材料内部の液相成分の分布状態がほぼ等しいことが必要である。すなわち、同じ固相率であっても、液相成分が固相粒の全周を包み込んだ状態で存在する場合と、固相粒間の一部に間欠的に存在する場合とでは、変形抵抗に差がでることが当然予想され、このような場合に本推定法をそのまま適用することはできない。

3. 2. 6 まとめ

圧縮変形抵抗の測定が可能な、高固相率（概略固相率80%以上）範囲で、実用アルミニウム合金（A2011, A2017, A5056, A7075, ADC12）の固相率の推定を行った。推定結果は、組織凍結法から求めた固相率推定線の外挿線上にあり、おおむね妥当であると考えられる。

3. 3 電気的特性（比抵抗・電位差）から固相率を推定する方法^{2) 7) 9) 11)}

3. 3. 1 はじめに

半溶融・半凝固加工においては、被加工材固相率が瞬時に測定され、それが加工にフィードバックするシステムが望まれる。そのためには、半溶融・半凝固金属の固相成分と液相成分が有するそれぞれの特性値の違い（例えば、密度差、超音波速度差、電気電導度差、比熱差など）を瞬時に捉える計測技術の確立が必要不可欠となる。

本節では、半凝固金属の固相成分と液相成分の持つ電気的比抵抗差を測定し、その値をもとに固相率を推定する方法について検討した結果を示す。

3. 3. 2 固相率推定の根拠

金属材料が凝固終了点直下の完全固体状態から凝固開始点直上の完全溶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、溶融状態の比抵抗は固体状態の比抵抗値に比べ1.5～2倍程度大きくなる。これは、溶融にともなう格子不整が比抵抗の増大をもたらすためであると思われる。本研究で提案する方法は、この比抵抗の増大を固相率の推定に利用しようとするものである。なお、固体状態にある金属材料の電気抵抗に関してはマティーセン（Matthiessen）の経験則の成り立つことが一般に知られているが、この関係が半溶融・半凝固状態にまで拡張でき、しかも上述の比抵抗の増大を厳密に説明し得るか否か検討の余地が残されている。ちなみに固体金属材料に関するマティーセンの経験則は下記の通りである。

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

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。

3. 3. 3 電位差（比抵抗）の測定方法および測定条件

推定対象とした試験片の材種として、二元合金では、Pb-21%Sn合金、Pb-29%Sn合金、Pb-38%Sn合金、Al-8%Cu合金、Al-9%Cu合金、Cu-35%Ag合金、Cu-49%Ag合金の合計7種類を選択し、実用（多元）合金としては、アルミニウム合金（A2011, A2017, A5056, A7075, AC7A, ADC12）、銅合金（C2700, C3604, C3771, C4641,

C6782)、鉄合金(共晶黒鉛鑄鉄(E-C)、球状黒鉛鑄鉄(D-4)、鑄鋼(YCS3)、ステンレス鋼SUS304)の合計15種類を選択した。

比抵抗測定方法の概略を以下に示す(図3-9参照)。当該金属材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、棒状試験片をアルミナ保護管に挿入し、これを加熱炉の中に入れ、加熱しつつ所定の評点間の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、2箇所の評点間(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方法を探る。具体的には、図3-9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、目的試験片Aとダミー試験片Bの間で発生する電位差を約5000倍に増幅し検出する。図3-10・図3-11は、測定試験片をアルミナ保護管に挿入し、電極ならびに熱電対を取り付けた状態を示す。高融点金属(銅合金・鉄合金)を対象とする場合には比抵抗測定に際し以下の点に注意した。すなわち、

- (a)電極には直径2mmのタングステン線を用いる、
 - (b)鉄合金を対象とする場合には、酸化防止のため炉内をアルゴンガス雰囲気にして加熱を行う、
 - (c)試験片の保持方法としては、試験片をセラミックボート内に置き、その上からセラミックセメントをかぶせ封入する、ただし、電極線・熱電対の試験片への挿入・接合を可能にするための開口部を設けておく(図3-12参照)、
- などである。表3-2に低融点合金(半田・アルミニウム合金)で採用した推定方法との主な相違点を比較して示す。図3-13は、低融点合金と高融点合金との推定方法の違いが、電位差-温度関係におよぼす影響を示す。測定値は、概略良い一致を示しているが、高融点合金の測定方法では低融点合金の測定方法に比べ、温度の下降にともなう電位差の減少量が多少大きくなる傾向にある。

図3-14は測定した後の試験片の状況を示す。熱による体積の膨張差から、試験片の一部が変形していることがわかる。図3-15は電位差測定後の鑄鉄試験片とタングステン電極との接合状況を示す。接合界面には50μm程度の反応相ができ、良好な接合状態となっていることがわかる。

図3-16は、二元合金について、試験片の長さを一定とし、試験片直径を4mm、5mm、9mmと変化させた場合の、試験片直径が電位差 V -温度 T 曲線におよぼす影響を示す。試験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いることがわかる。

図3-17は、図3-16をもとに、二元合金について、無次元化電位差 \bar{V} 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と固相率とが直線関係を有していることがわかる。なお、試験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、これは試験片が太くなるにしたがい均一な半熔融・半凝固状態が試験片内部で形成されにくくなり、試験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であると推定される。

図3-18は、同じく二元合金について試験片の直径を一定とし、試験片長さを65mm、45mm、20mmと変化させた場合の、試験片長さが電位差-温度曲線におよぼす影響を示す。試験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3-19は、図3-18をもとに無次元化電位差と固相率との関係を求めた結果を示す。いずれの場合も試験片長さに関係なく、ほぼ同一直線で示されることがわかる。

図3-20は、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を示す。図から昇温時・降温時の測定結果は互いにより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-温度曲線におよぼす影響を調査した結果、昇温速度が1.7~9.7℃/min.、降温速度が1.5~6.8℃/min.の範囲ではほとんど V - T 曲線に影響をおよぼさないことがわかった。

3・3・4 二元合金の無次元化電位差と固相率の関係

Pb-Sn系合金3種類、Al-Cu系合金2種類、Cu-Ag系合金2種類について、各温度において状態図から求めた固相率 ϕ と実測した電位差 V との関係について示す。

まず、図3-21はCu-49%Ag合金、Cu-35%Ag合金の電位差と温度の関係を示す。測定結果は、いずれの場合も、

- (a)熔融状態から凝固開始点の間は温度の降下とともに電位差も漸減し、
 - (b)凝固開始点から共晶点の間は固相成分の晶出にともない電位差は急激に減少し、
 - (c)共晶開始から共晶終了の間では電位差は温度に関係なく一気に低下し、
 - (d)その後、電位差は温度の降下とともに漸減する、
- 傾向を示す。Cu-35%Ag合金について、二本の曲線となっているのは、同一の試験片で測定を繰り返したためである。両測定値は良い一致を示し再現性のあることがわかる。

図3-22は、図3-23の平衡状態図から求めた固相率と、図3-21の測定結果から次式により算出した無次元化電位差 \bar{V} との関係を示す。

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

ただし、 V_s は凝固終了点における電位差、

V_L は凝固開始点における電位差

図中には、Pb-Sn系合金3種類、Al-Cu系合金2種類の固相率 ϕ -無次元化電位差 \bar{V} の結果も同時に示す。図から、無次元化電位差 \bar{V} と固相率 ϕ (%)の関係は、供試材の種類によらず次式で近似できることがわかる。

$$\bar{V} = -C_1 \phi + 1.0$$

$$C_1 = 0.01$$

ただし、高融点金属になるほど図中の直線から若干ずれてきているが、これは、高融点金属では試験片の中心部と外周部とで均一な半溶融・半凝固状態が形成されにくくなり、試験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であると思われる。

以下、多元（実用）合金についても、無次元化電位差 \bar{V} と固相率 ϕ とが上述の直線関係を満足すると仮定する。この仮定が本研究の根幹をなすものでありその妥当性については後述する。

3.3.5 多元（実用）合金の固相率の推定

多元（実用）合金の固相率 ϕ を推定する手順を以下に示す。

(a) 温度と固相率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、凝固開始点 T_0 とその電位差 V_L 、ならびに凝固終了点 T_s とその電位差 V_s を検出する（図3-24(a)）。

(b) 同合金の温度 T における無次元化電位差 \bar{V} を次式から求める（図3-24(b)）。

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

(c) 同合金の温度 T における固相率 ϕ (%)を、状態図を用い、次式に示す楕円関係から求める（図3-24(d)）。

$$\phi = \{(T_M - T_s) \cdot (T_0 - T) \cdot (\beta - \alpha)\} /$$

$$\{(T_0 - T_s) \cdot (T_M - T) \cdot (\beta - \alpha)\} \times 100 \text{-----}(2)$$

ただし、 $x = (T_M - T_0) / (T_M - T_s) \times \beta$ であり、 T_M , T_s , α , β は状態図の値を用いる。

(d) 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 \bar{V} 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 T における固相率 ϕ と無次元化電位差 \bar{V} が材質によらず同一関係で示されることを確認する（図3-24(e)）。

(e) 次に、多元（実用）合金についても(1)(2)と同様にして、各温度 T における無次元化電位差 \bar{V} を求める（図3-24(g)）。

(f)(d)の結果を(e)と対応させ、温度 T ・無次元化電位差 \bar{V} ・固相率 ϕ の三者間の関係から、多元（実用）合金の温度 T と固相率 ϕ との関係を求める（図3-24(e)(g)）。

以下具体的な測定例について示す。すなわち多元（実用）合金として、アルミニウム合金系からA2011, A2017, A5056, A7075, AC7A, ADC12の6種類、銅合金系では銅、亜鉛を主成分とする黄銅C2700、快削黄銅C3604、鍛造用黄銅C3771、ネハ[®]黄銅C4641、高力黄銅C6782の5種類を取り上げ、温度と固相率との関係の推定を試みた。

図3-25~図3-30はそれぞれアルミニウム合金系試験片の電位差と温度の関係を示し、また図3-31はそれぞれ銅系試験片の電位差と温度の関係を示す。各材質につきそれぞれ2本の曲線があるが、これは同一試験片で測定を繰り返し行ったためである。1回目の測定と2回目の測定とが必ずしも同一の測定値とならなかったのは、溶融を繰り返す過程で黄銅中に含まれている亜鉛元素の蒸発など、若干の実験誤差が発生したためと思われる。黄銅各試験片の化学成分を表3-3に示す。

3.3.6 固相率推定結果ならびにその検証

図3-32は、アルミニウム系多元（実用）合金について、本推定法から求めた各温度における固相率と、図3-34~図3-41に示す組織凍結法から求めた対応する温度での固相率との比較結果を示す。図から、低固相率から高固相率まで、本推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ていることがわかる。また、図3-33は、銅系多元（実用）合金について、本推定法で求めた固相率 ϕ と温度 T との関係を示した。C2700合金について、組織凍結法から求めた対応する温度での固相率を図中に示す。本推定法から求めた温度-固相率の関係と、組織凍結法から求めた固相率とはおおむね良好一致を示していることがわかり、これらの一連の検証結果から本推定法の妥当性が確認できる。

*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、低固相率では固相成分と液相成分の偏在が顕著となり、また高固相率では固相成分と液相成分の境界が明確でないなどの点において固相率の推定に誤差を含みやすくなることに注意する必要がある（図3-34～図3-41参照）。

3.3.7 まとめ

半溶融・半凝固状態にある金属材料の二点間の電位差（または電気抵抗）を計測し、その値を基に固相率を推定する方法について提案を行った。それにより、アルミニウム系実用合金（A2011, A2017, A5056, A7075, AC7A, ADC12）、銅系実用合金（C2700, C3604, C3711, C4641, C6782）について、本推定法から求めた温度-固相率の関係と、組織凍結法から求めた固相率とはおおむね良い一致が得られた。これらの結果から本推定法の妥当性が確認できた。

3.5 結言

本章では、固相率の測定技術の確立を目指し、(a)半溶融・半凝固状態での金属材料の（圧縮）変形抵抗を求め、その値を基に固相率を推定する方法、(b)半溶融・半凝固状態にある金属材料の二点間の電位差（または電気抵抗）を計測し、その値を基に固相率を推定する方法について新たな提案を行った。本研究により以下に示す知見ならびに成果が得られた。

(a)固相率測定技術の確立は、半溶融加工条件の選定や製品特性の決定に深く関係し、半溶融・半凝固加工技術の開発にとって欠くことのできない課題である。しかし、この方面の研究はようやく始まったばかりであり、系統的な研究は行われていない。本推定法の結果は組織凍結法から得られた結果とも概ねよい一致が得られ、固相率測定技術確立の手がかりを示すことができた。

(b)半溶融金属の変形抵抗は半溶融加工法における重要な加工条件因子である。これによって固相率の推定が可能になったことがわかり、より半溶融加工に密着した情報が得られるようになった。

(c)本研究によって提案した固相率推定の基本的な考え方は、他の機械的特性（せん断抵抗や粘性抵抗など）、電気的特性（電気電導度や誘電率など）、物理化学的特性（透磁率・密度・超音波速度など）などに対しても適用が可能であると考えられる。

(d)半溶融・半凝固加工時において加圧力付加のタイミングが製品特性に大きく影響をおよぼすことが一般によく知られている。しかし、そのタイミングを決定するために必要な固相率を瞬時に知る方法はいまだ確立されておらず、これまでのところ温度を指標として加工のタイミングを計っているのが現状である。電気的特性を利用し固相率を推定する本手法により、瞬時に固相率が推定でき、いわゆる固相率のインライン測定技術の可能性を示すことができた。

参考文献

- 1) 木内 学・杉山澄雄・新井博男: 7%合金および銅合金の半溶融変形抵抗・変形挙動に関する検討(半溶融加工に関する実験的研究 I), 塑性加工20-223(1979), P762-769.
- 2) 長村光造・中村藤伸: 電気抵抗(測定法とその応用), 軽金属33-1(1983), P55-64.
- 3) (財)素形材センター: 凝固過程における半溶融金属の変形抵抗に関する調査報告(1986-6), P1-176.
- 4) (財)素形材センター: 凝固過程における半溶融金属の基本的変形特性に関する調査報告書, (1987-7), P1-232.
- 5) 鈴木賢次郎: 高温高圧下における超音波計測技術の開発と材料の機械的性質, 昭和59-61年度文部省科学研究費補助金特定研究成果報告書, (1987-9), P120-127.
- 6) (社)日本機械工業連合会・(財)金属系材料研究開発センター: 金属の半凝固加工7°ptに関する調査研究報告書, (1988-3).
- 7) 木内 学・杉山澄雄: 半溶融・半凝固金属の固相率の測定法・1, 第42回塑性加工連合講演会講演論文集, (1991-9), P647-650.
- 8) 古川雅三・平居正純・佐伯幸弘・西村 論: 熱的手法による半凝固金属粘度測定法の開発, CAMP-ISIJ, 4(1991), P690.
- 9) 木内 学・杉山澄雄: 半溶融・半凝固金属の固相率の測定法・2, 平成4年度塑性加工春季講演会講演論文集, (1992-5), P295-298.
- 10) 吉田直嗣・白井善久・森谷尚玄・吉田千里: 熱分析法による固相率の測定, 日本金属学会春期大会講演概要, (1993), P156.
- 11) M. Kiuchi・S. Sugiyama: A New Method to Detect Solid Fractions of Mushy/Semi-Solid Metals and Alloys, 44th CIRP Manuscript, (1994), P.

二元合金の圧縮試験結果から

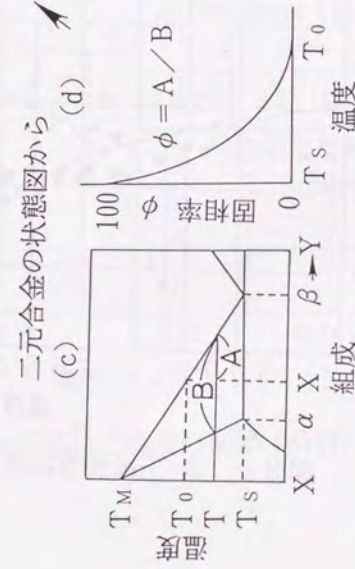
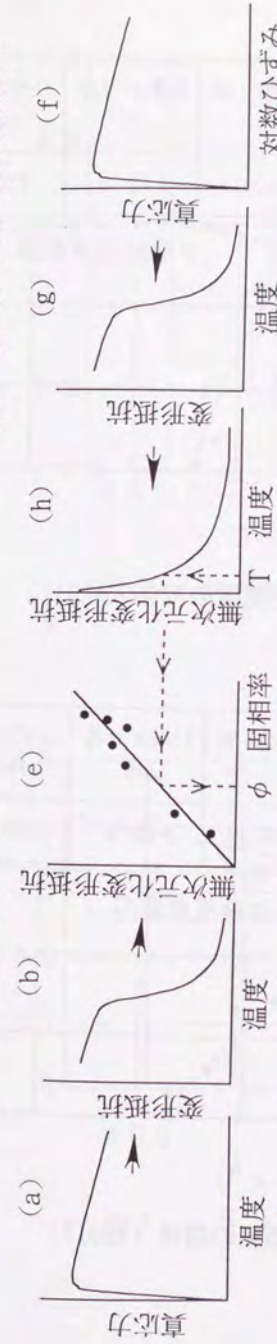


図3-1 変形抵抗の測定から実用（多元）合金の固相率を求める方法

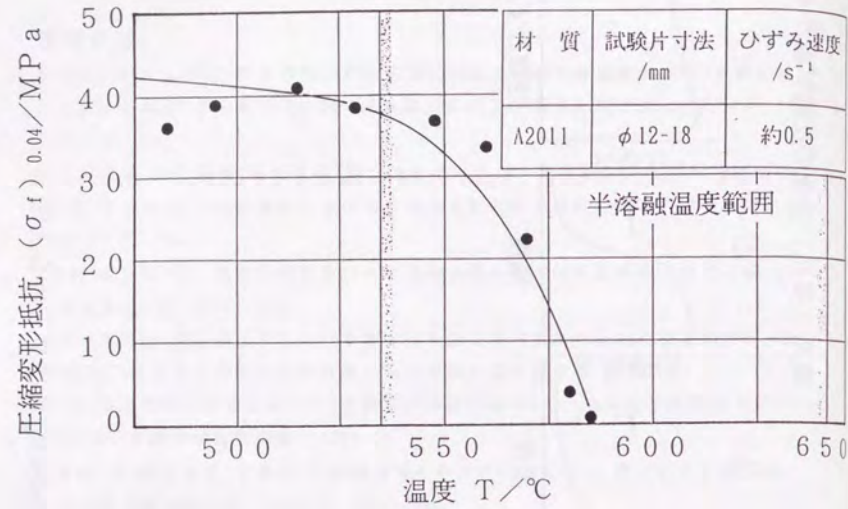


図3-2 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A2011)

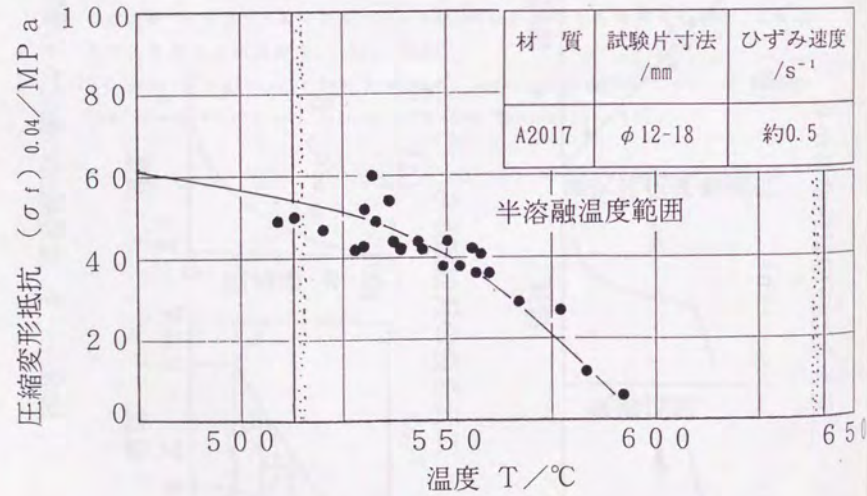


図3-3 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A2017)

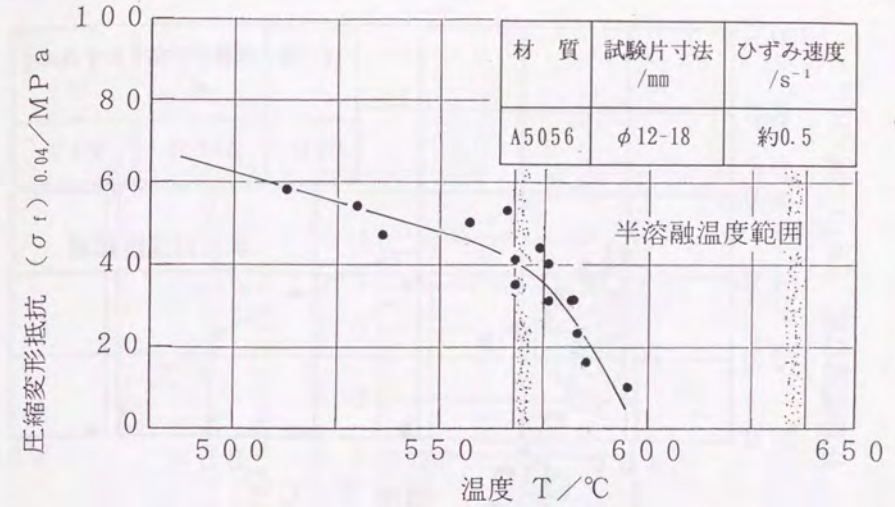


図3-4 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A5056)

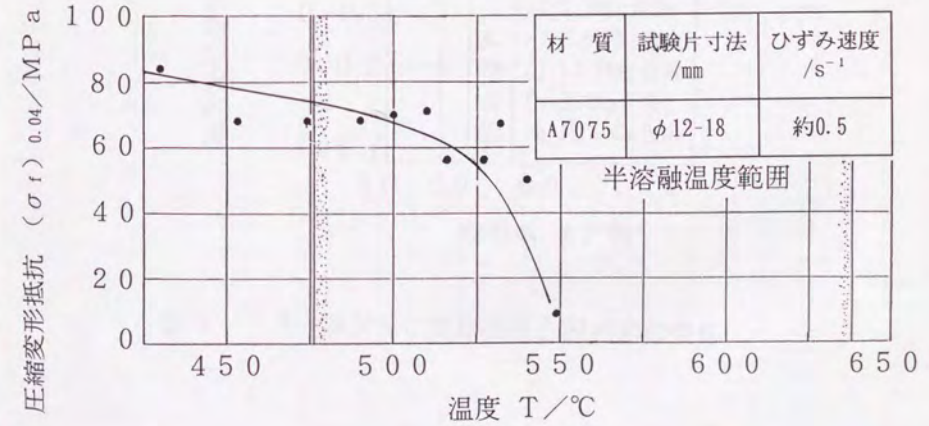


図3-5 圧縮変形抵抗と温度の関係 (A7075)

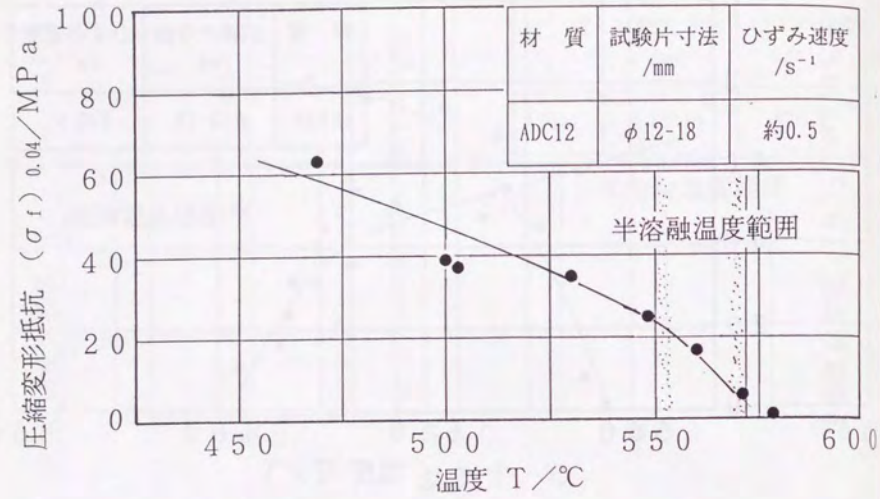


図3-6 圧縮変形抵抗と温度の関係 (ADC12)

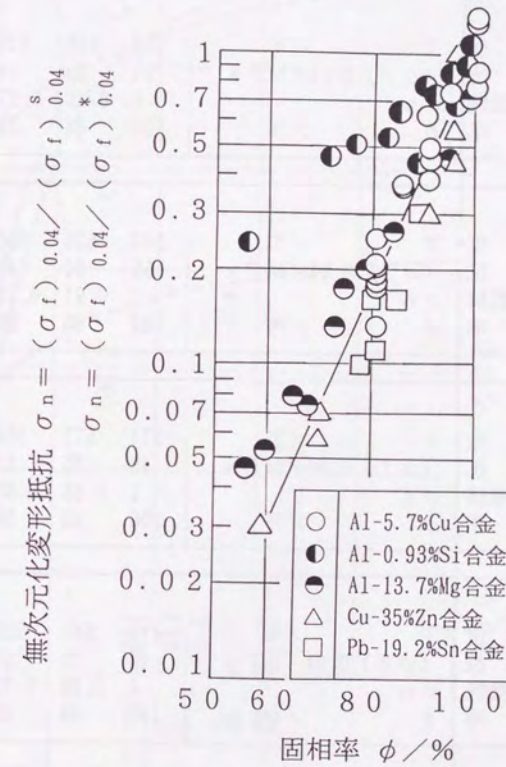


図3-7 無次元化変形抵抗と固相率の関係

表3-1 変形抵抗法による実用(多元)合金の固相率の推定結果

A2011					
温度	T	/°C	539	550	575
変形抵抗	(σf)	0.04/MPa	38	34	14
無次元化変形抵抗	σn		1	0.89	0.37
固相率	ϕ	/%	100	98	88
A2017					
温度	T	/°C	507	525	550
変形抵抗	(σf)	0.04/MPa	55	50	40
無次元化変形抵抗	σn		1	0.91	0.73
固相率	ϕ	/%	100	98	96
A5056					
温度	T	/°C	574	575	588
変形抵抗	(σf)	0.04/MPa	40	35	17
無次元化変形抵抗	σn		1	0.88	0.43
固相率	ϕ	/%	100	98	90
A7075					
温度	T	/°C	476	500	525
変形抵抗	(σf)	0.04/MPa	73	70	55
無次元化変形抵抗	σn		1	0.96	0.75
固相率	ϕ	/%	100	99	96
ADC12					
温度	T	/°C	529	550	575
変形抵抗	(σf)	0.04/MPa	35	25	0
無次元化変形抵抗	σn		1	0.71	0
固相率	ϕ	/%	100	95	-

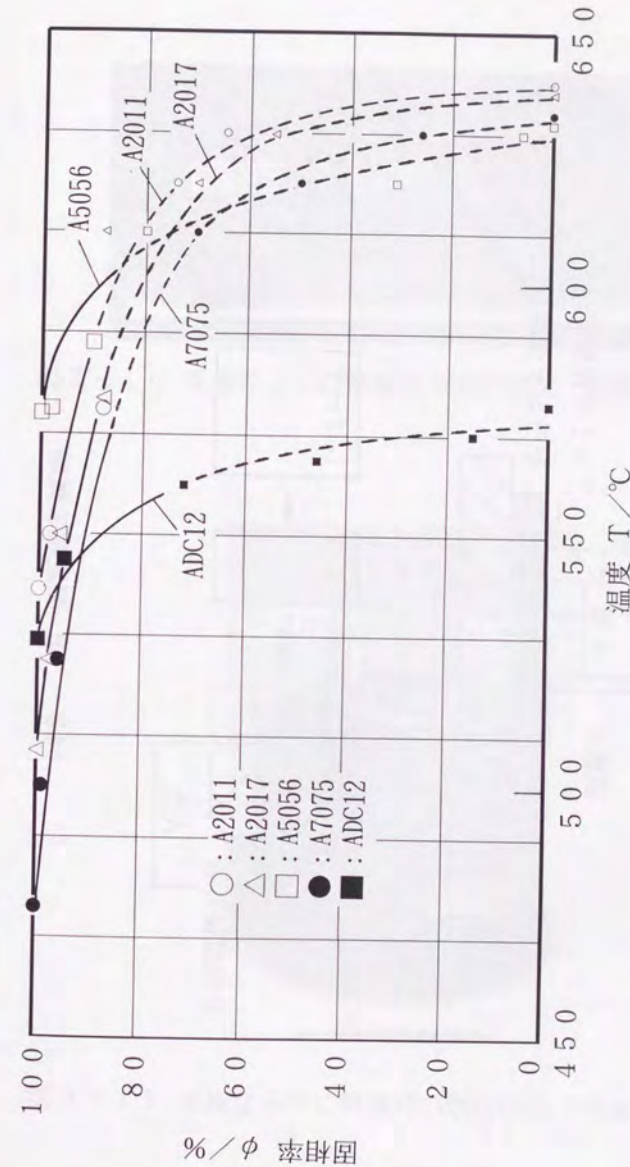


図3-8 変形抵抗法から推定したアルミニウム合金の温度と固相率の関係

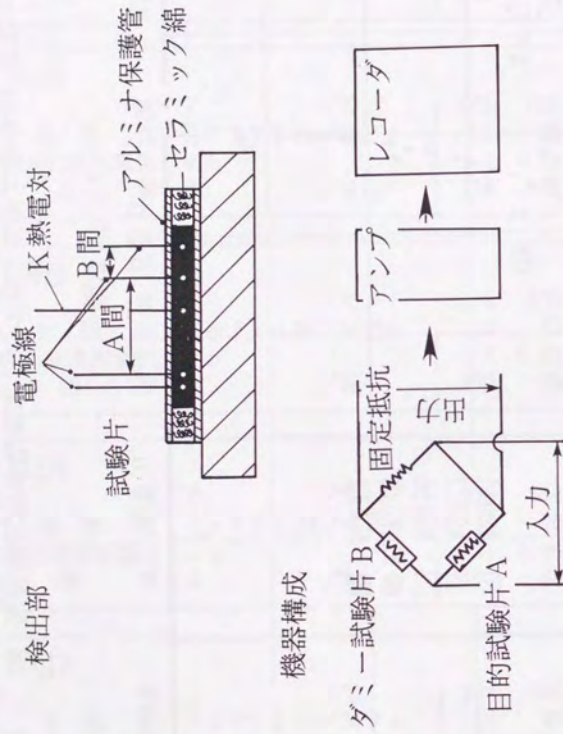


図3-9 測定法の概略

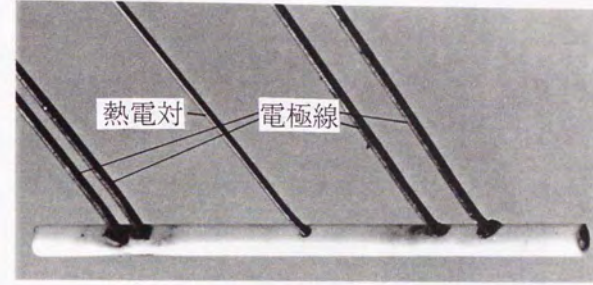


図3-10 電極ならびに熱電対の取付状況（低融点合金）



図3-11 電極ならびに熱電対の取付状況（高融点合金）

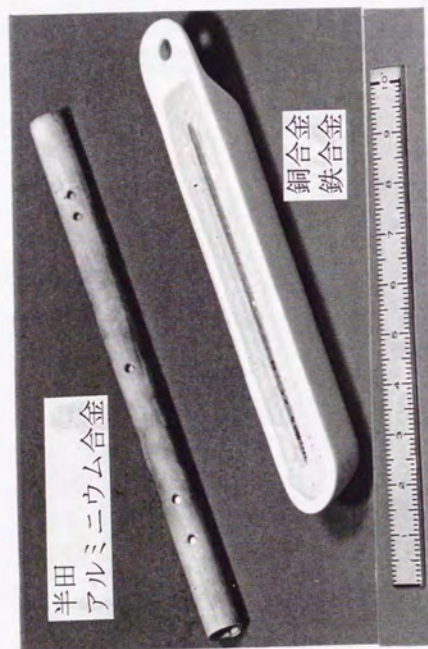


図 3-1-2 試験片の保持固定方法

表 3-2 低融点合金試験片と高融点合金試験片の測定方法の違い

	低融点合金	高融点合金
試験片材質	半田, アルミニウム合金	銅合金, 鉄合金
電極線材質	銅, SUS304	タングステン
試験片保持	アルミ保護管, 密閉式	アルミボート, 開頭式
加熱環境	大気中	アルゴンガス雰囲気中 (鉄合金のみ)

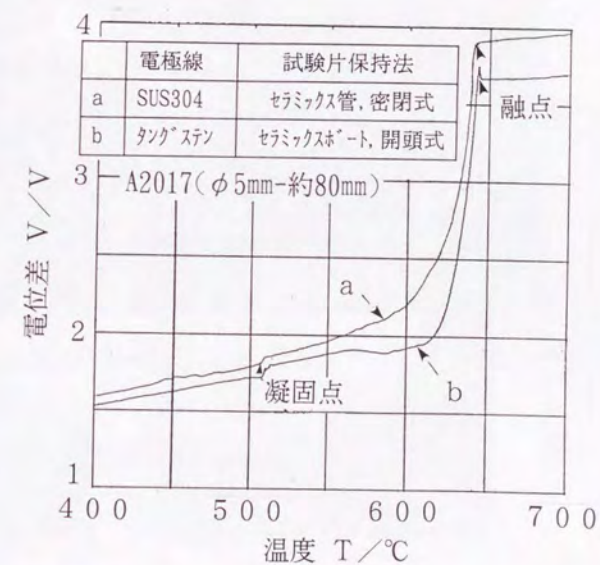


図 3-1-3 測定方法が電位差—温度関係におよぼす影響

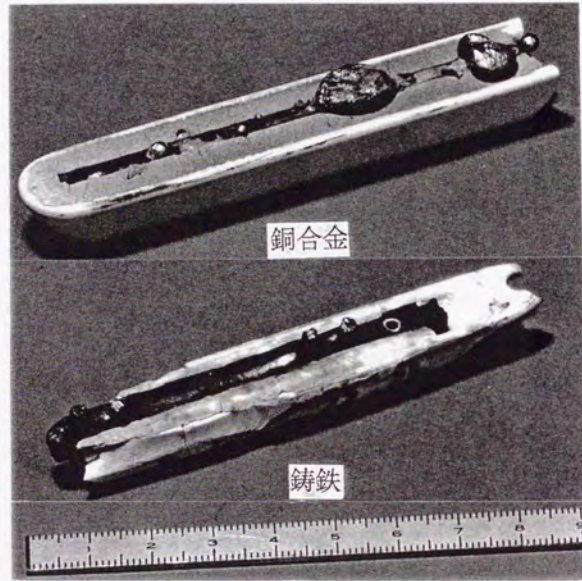


図 3 - 1 4 測定後の試験片の状況

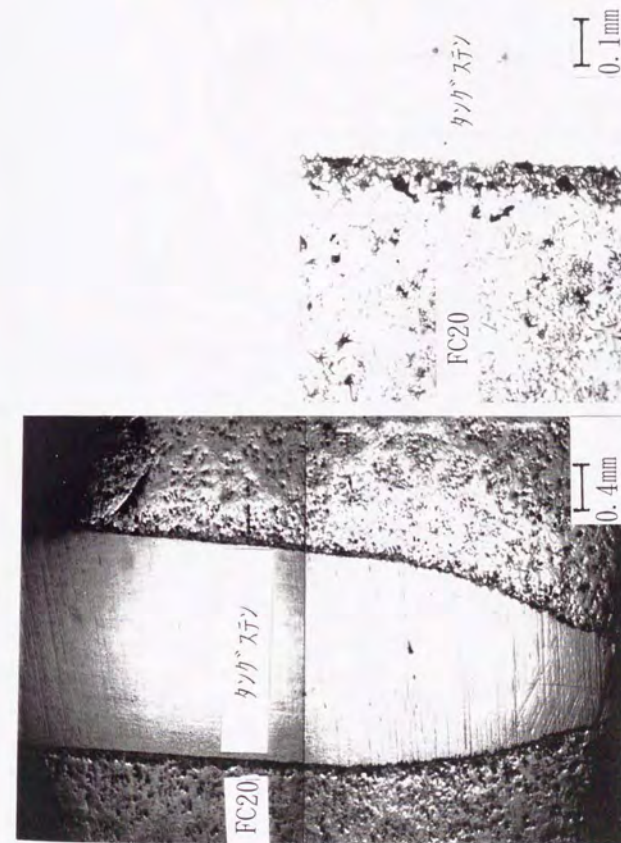


図 3 - 1 5 測定後の鋳鉄試験片とタンクステン電極線との接合状況

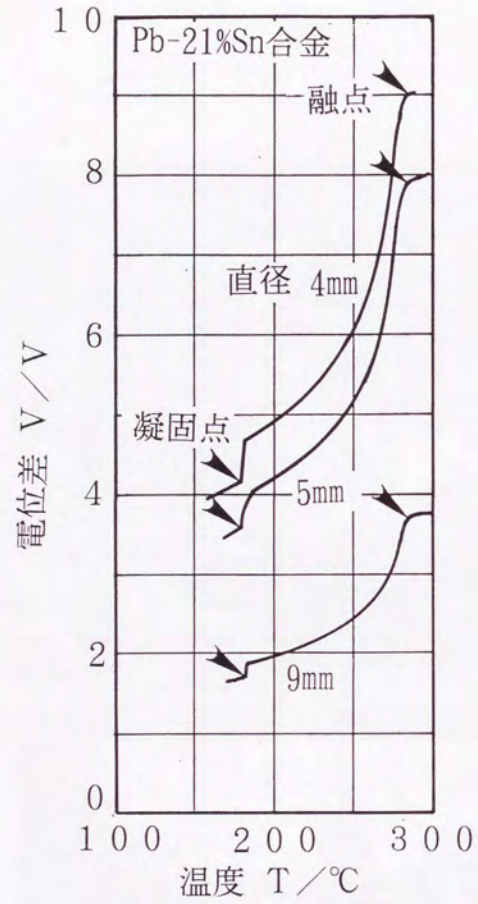


図3-16 試験片直径が電位差と温度との関係におよぼす影響

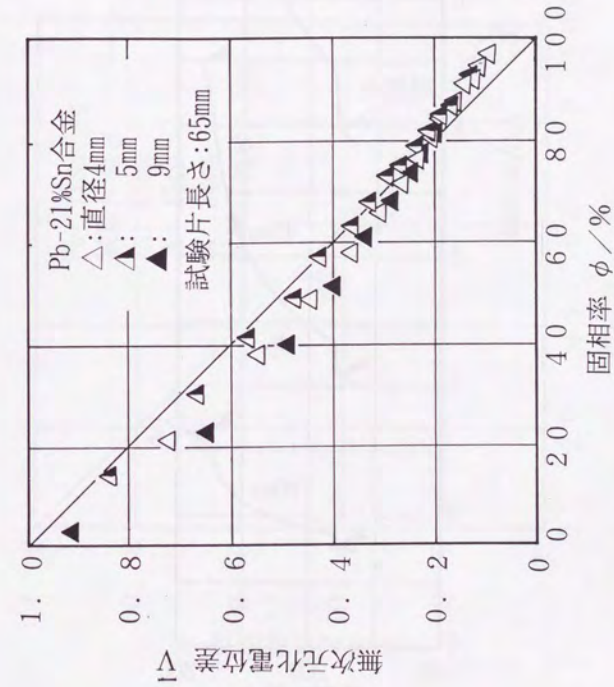


図3-17 試験片直径が無次元化電位差と固相率との関係におよぼす影響

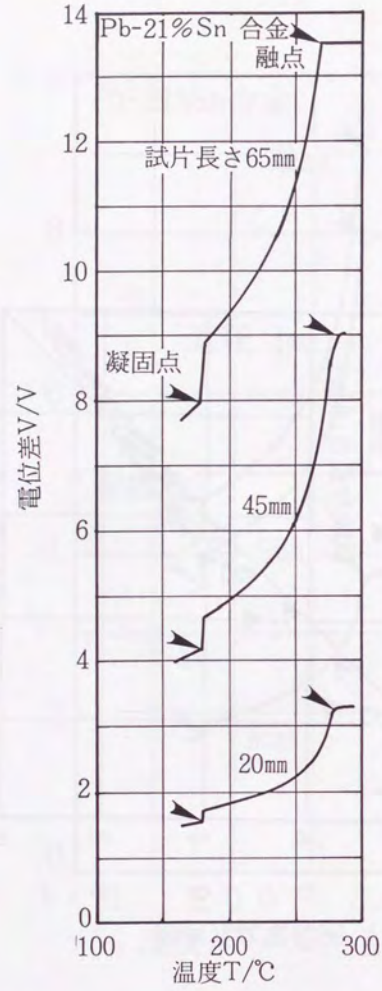


図 3-18 試験片長さが電位差と温度との関係におよぼす影響

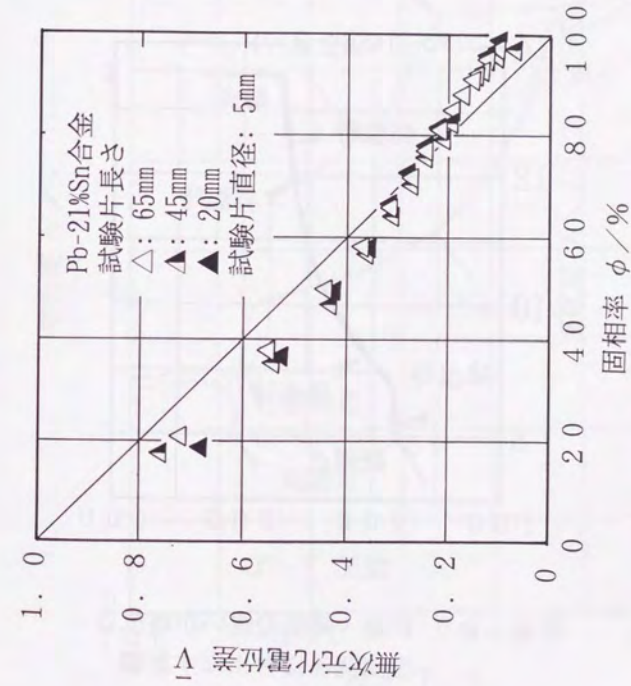


図 3-19 試験片長さが無次元化電位差と固相率との関係におよぼす影響

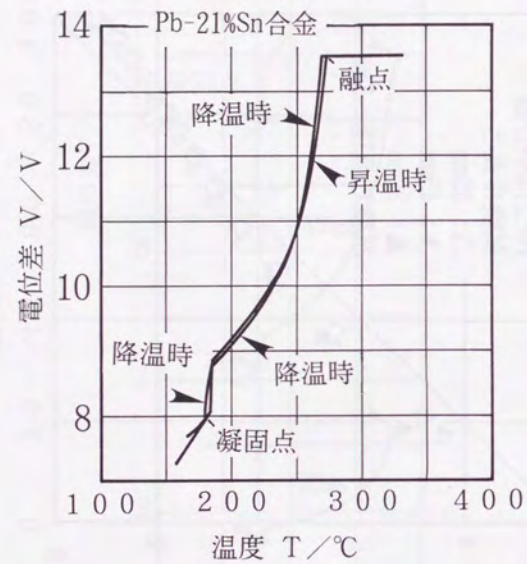


図3-20 昇温・降温の違いが電位差—温度関係におよぼす影響

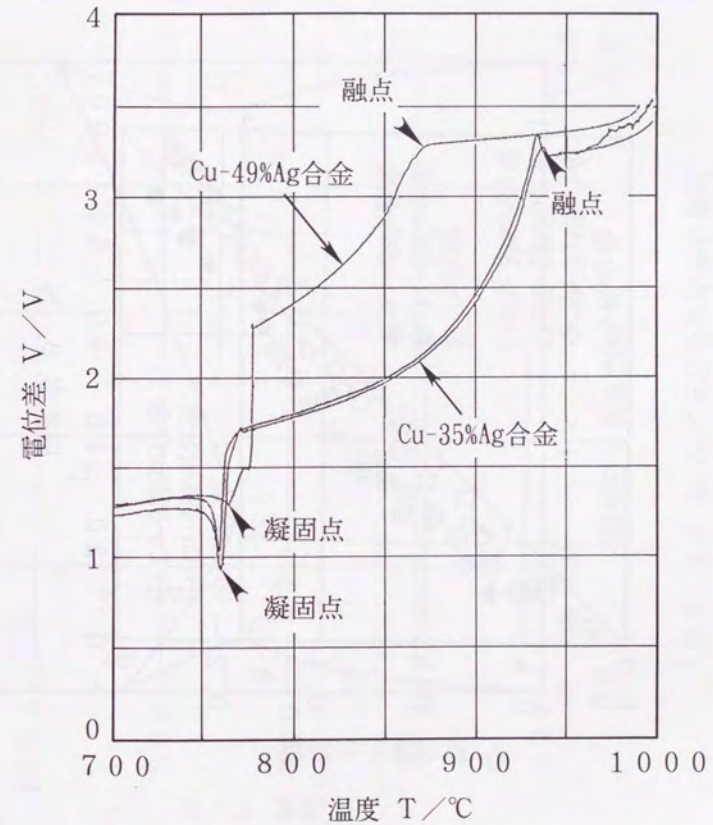


図3-21 Cu-Ag二元合金の電位差と温度の関係

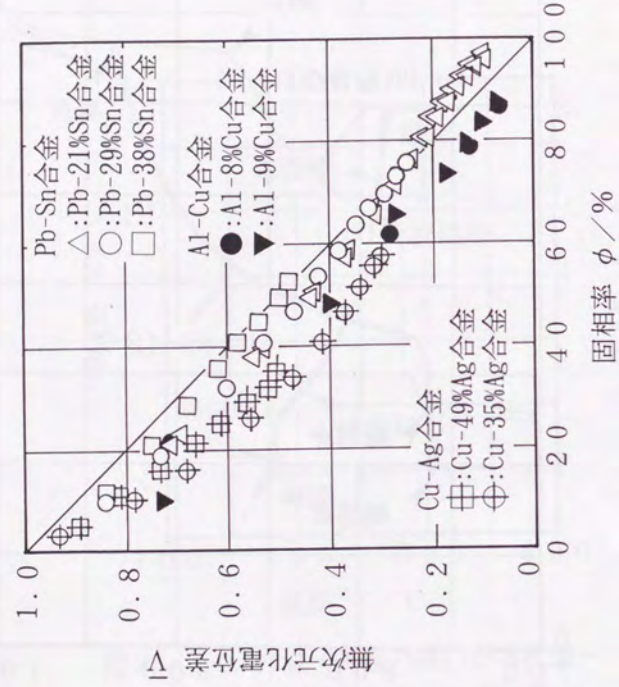


図3-22 無次元化電位差と固相率との関係

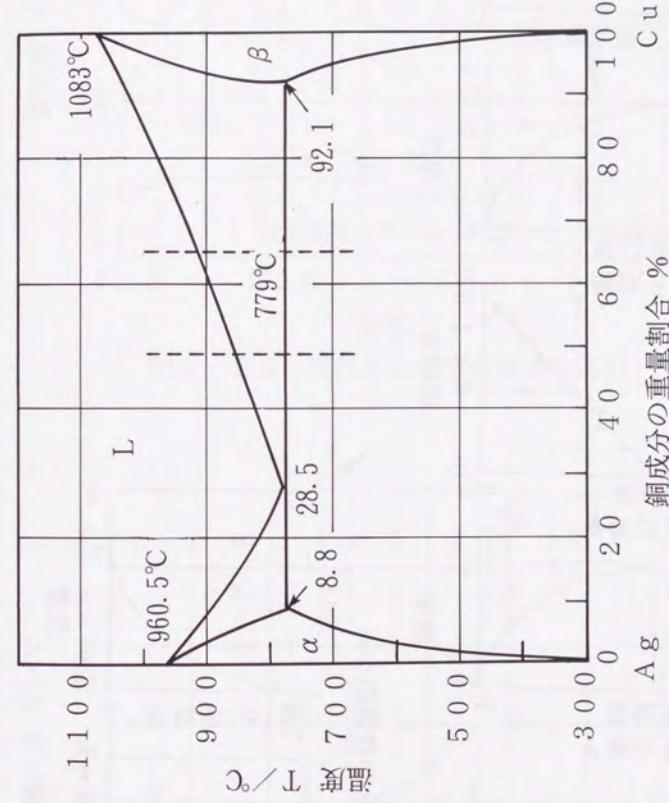
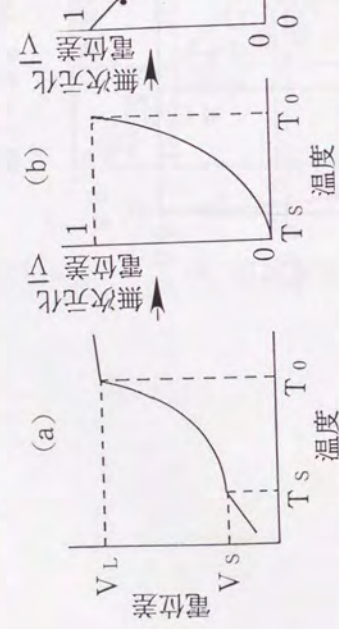
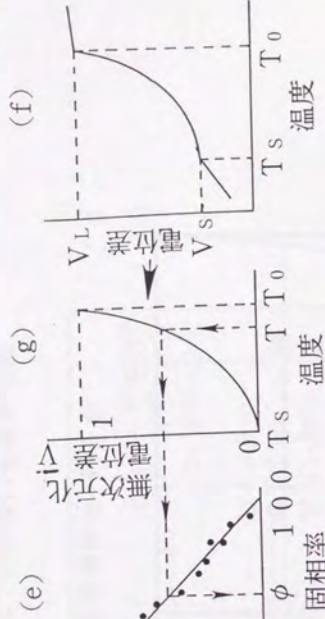


図3-23 Ag-Cu二元合金の平衡状態図

二元合金の $V-T$ 曲線および $\bar{V}-T$ 曲線から



実用 (多元) 合金の $V-T$ 曲線および $\bar{V}-T$ 曲線から



二元合金の状態図から

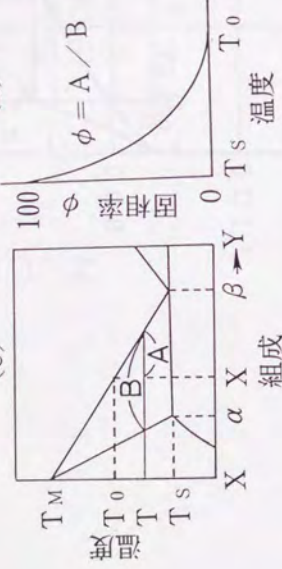


図 3-24 電位差測定から実用 (多元) 合金の固相率を求める方法

電位差 V/V

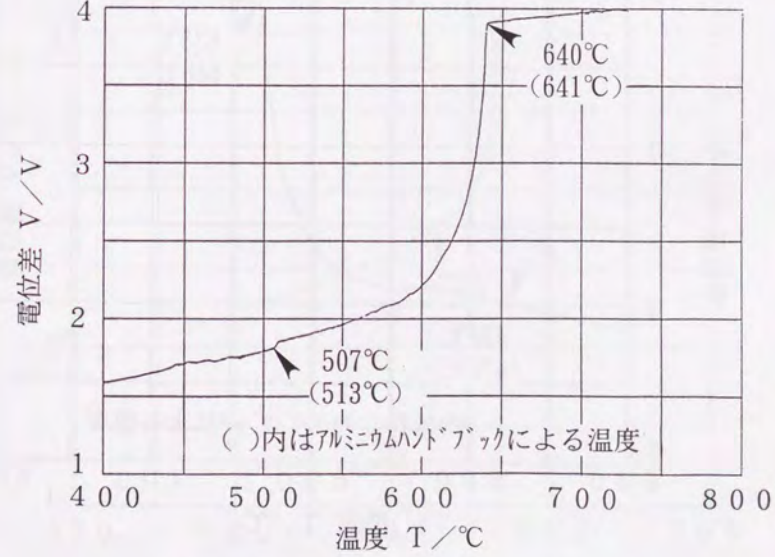
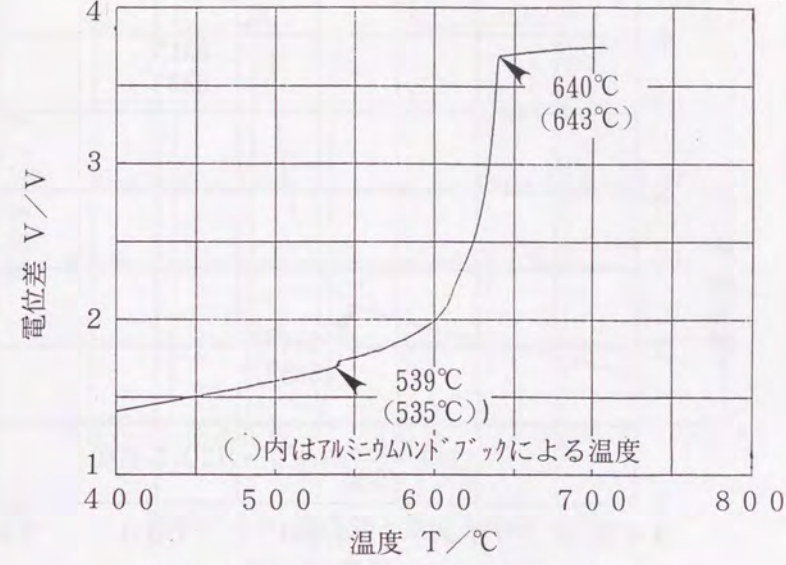


図 3-25 電位差と温度の関係(A2011)

電位差 V/V



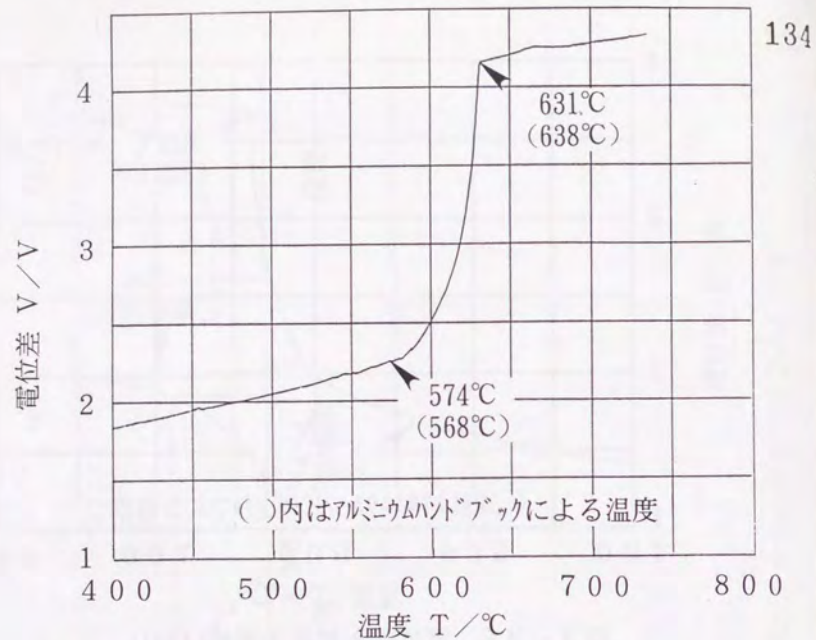


図 3-27 電位差と温度の関係(A5056)

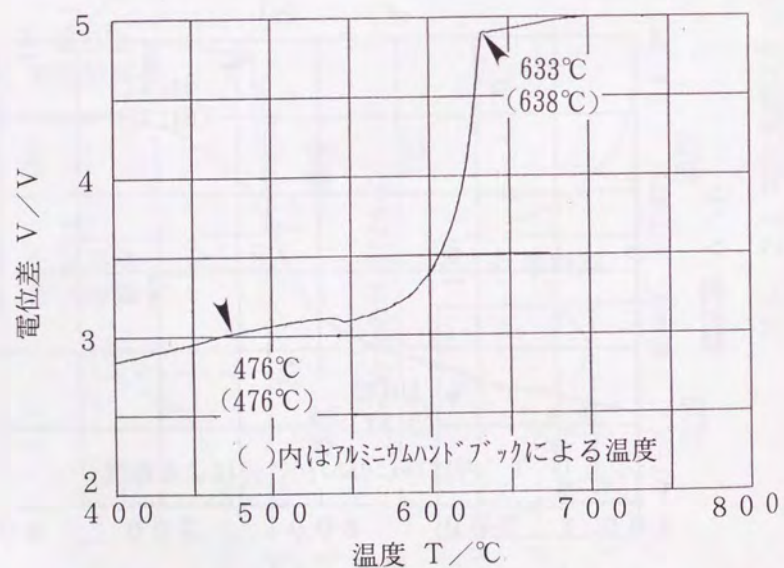


図 3-28 電位差と温度の関係(A7075)

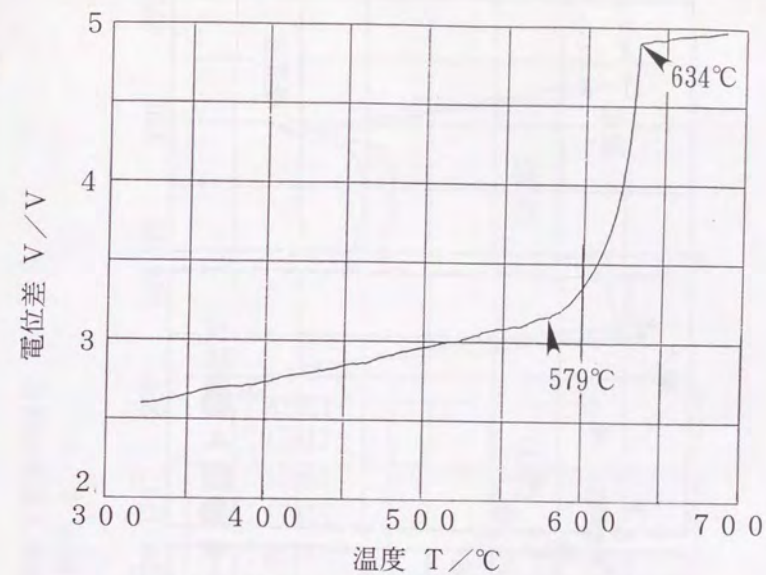


図 3-29 電位差と温度の関係(AC7A)

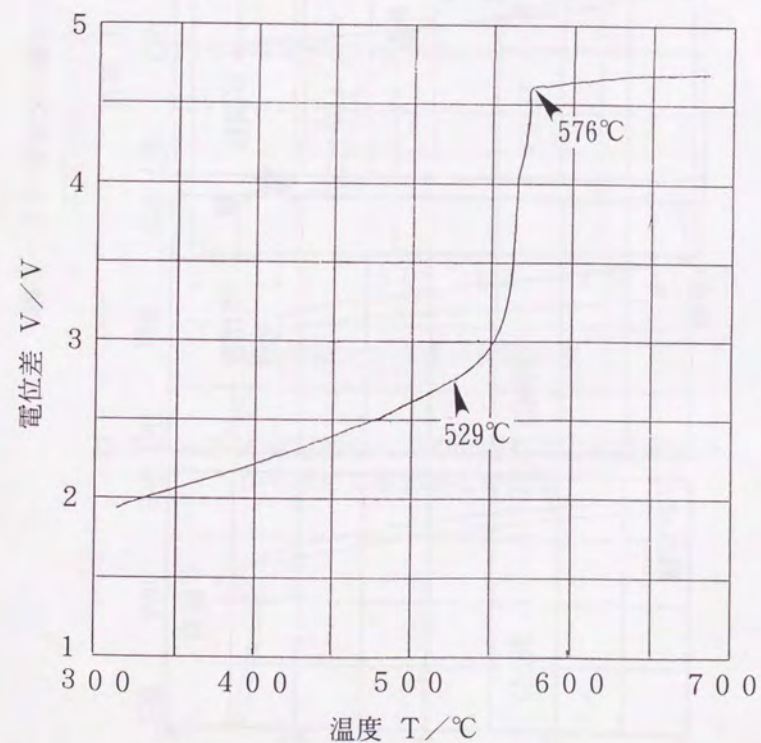


図 3-30 電位差と温度の関係(ADC12)

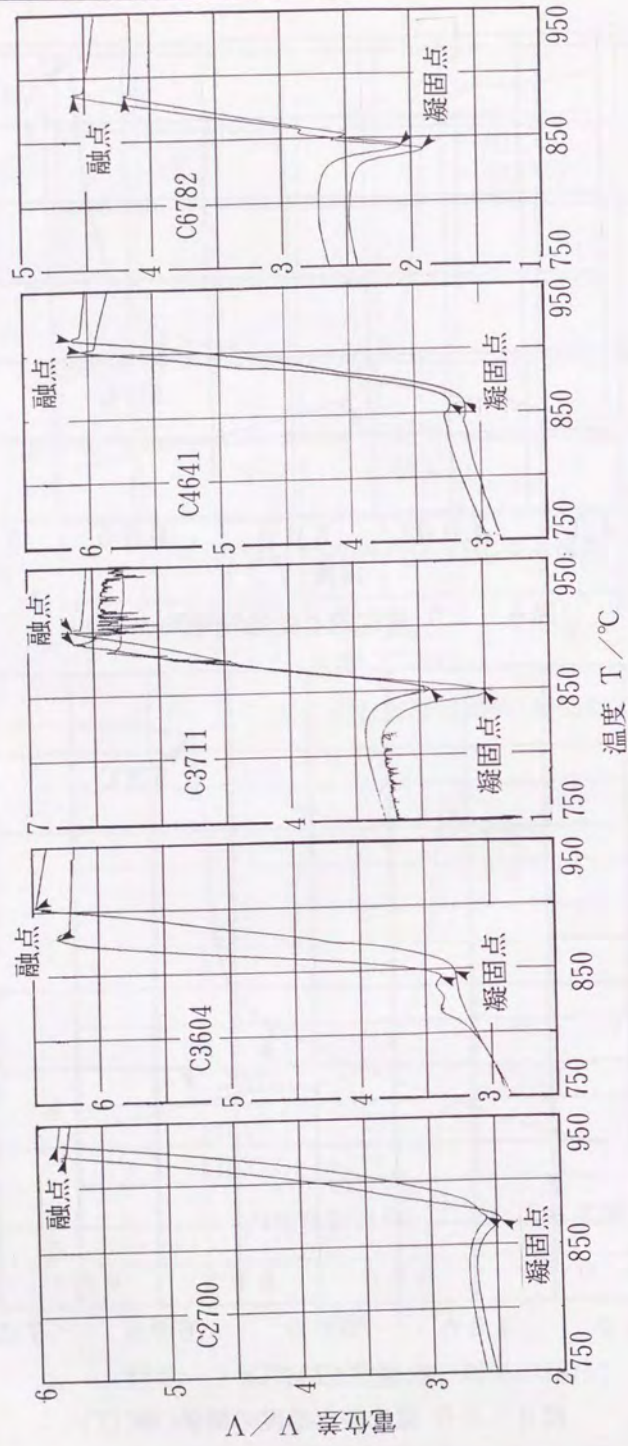


図 3-3-1 黄銅各試験片の電位差と温度の関係

本測定法から求めた固相率 $\phi/\%$

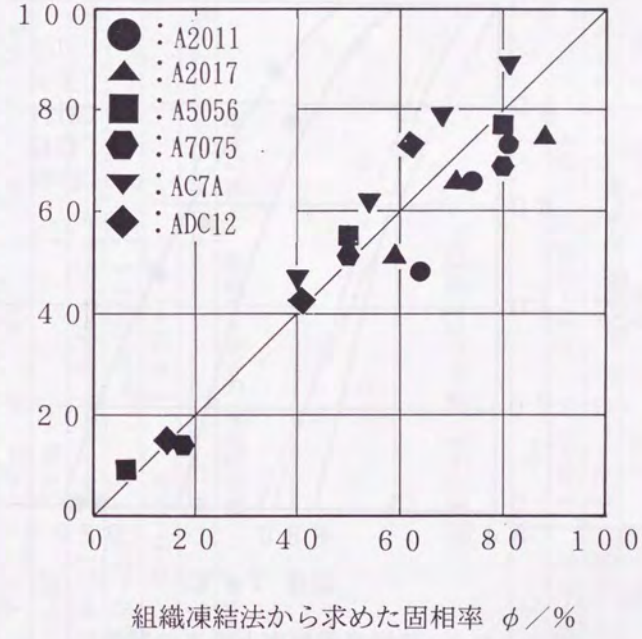


図 3-3-2 本測定法から求めた固相率と組織凍結法から求めた固相率との比較

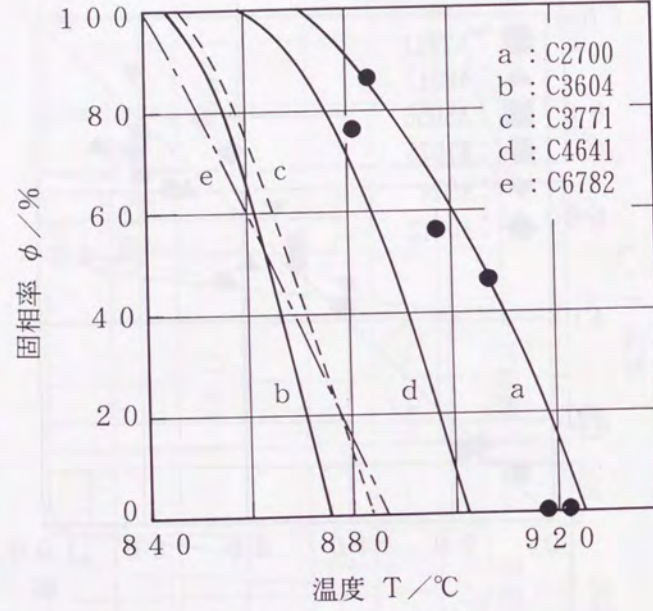


図3-33 黄銅の固相率と温度の関係
(●はC2700の組織凍結法から求めた固相率と温度の関係)

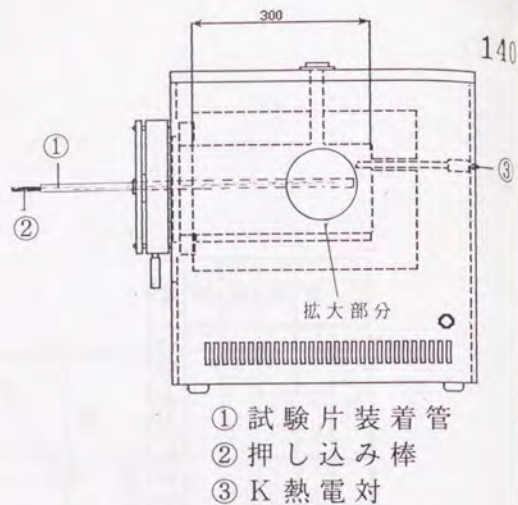
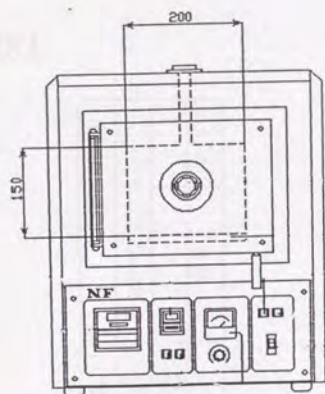
表3-3 黄銅各試験片の化学成分

	Cu	Pb	Fe	Sn	Al	Mn	Zn
(a)C2700	63.0~67.0	≤0.07	≤0.05				残
(b)C3604	57.0~61.0	1.8~3.7	≤0.7	Fe+Sn≤1.5			残
(c)C3771	57.0~61.0	0.50~2.5		Fe+Sn≤1.0			残
(d)C4641	59.0~62.0	Pb+Fe≤1.0		0.50~1.0			残
(e)C6782	56.0~60.5	≤0.50	0.10~1.0		0.20~2.0	0.50~2.5	残

(a)黄銅 (b)快削黄銅 (c)鍛造用黄銅 (d)ネハ®黄銅 (e)高力黄銅

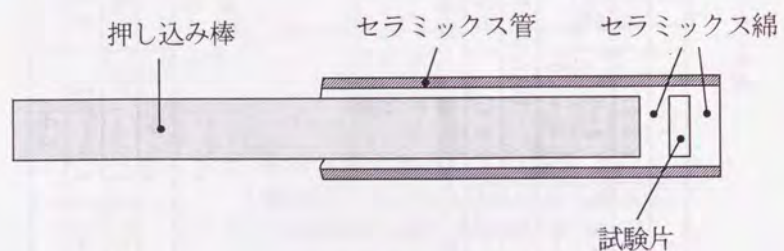
表3-4 鉄合金の化学成分

	C	Si	Mn	P	S	Mg	Cr
共晶黒鉛鑄鉄(E-C)	3.35~3.70	2.85~3.35	0.20~0.60	0.25≥	0.08≥		
球状黒鉛鑄鉄(D-4)	3.34~3.85	2.75~3.40	0.40≥	0.15≥	0.02≥	0.04~0.10	
YCS3	1.04	0.45	0.94	0.026	0.002		0.46



電 源：単相 220V 50HZ 3KVA
 最高使用温度：1100℃
 炉 内 寸 法：W200-H150-D300mm
 発 熱 体：カンタルA-1
 温度制御：SCRおよび自動温度調節計によるコントロール方式

装置の概要（外観図）



試験片装着部の拡大図

試験片寸法：直径7～8mm，厚さ0.5～3mm
 温度保持時間：30分

図3-34 組織凍結実験の概要

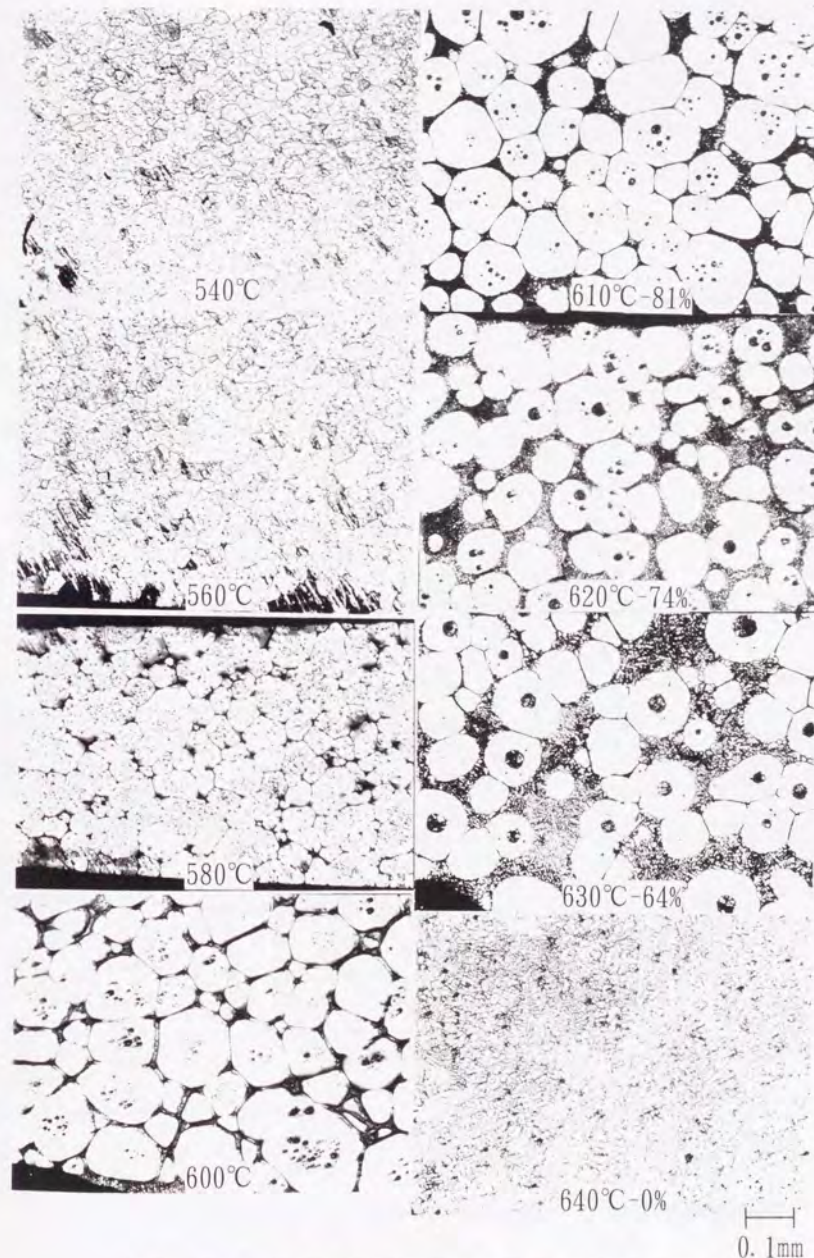


図3-35 温度・固相率と内部組織の関係(A2011)

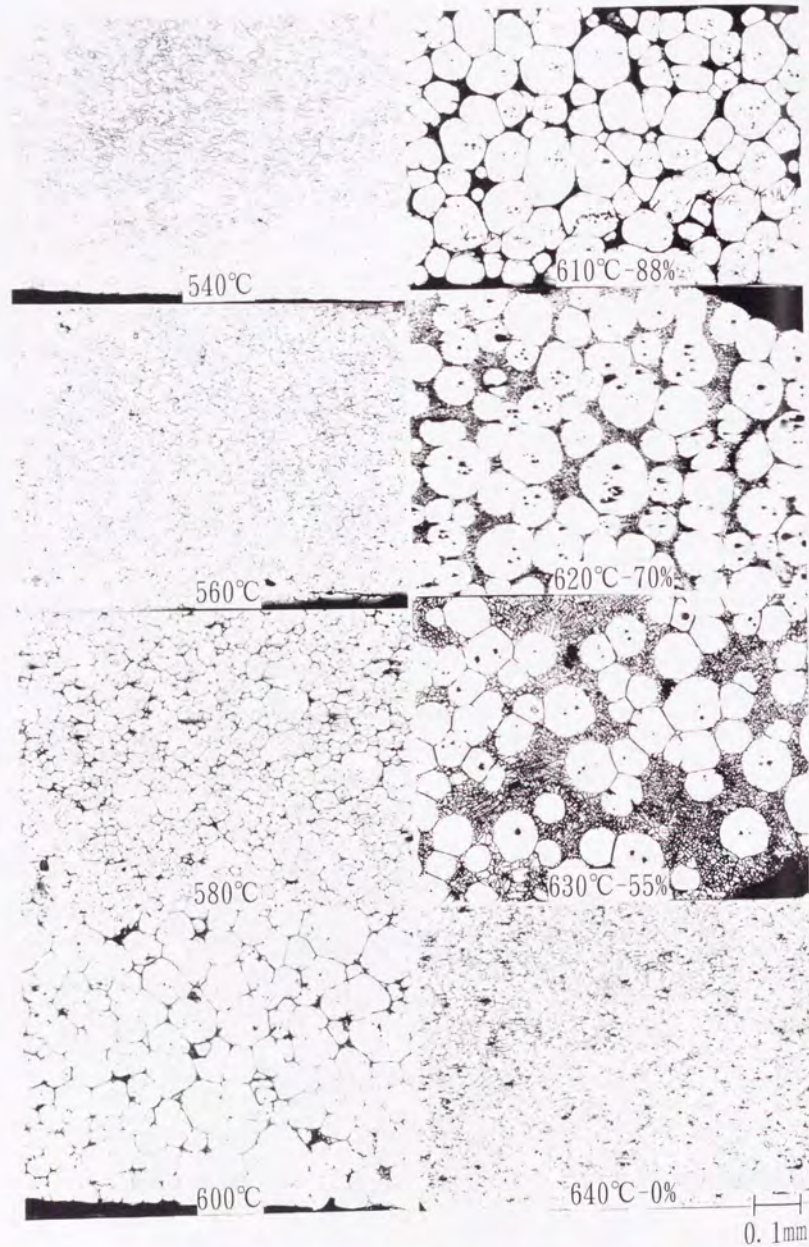


図3-36 温度・固相率と内部組織の関係(A2017)

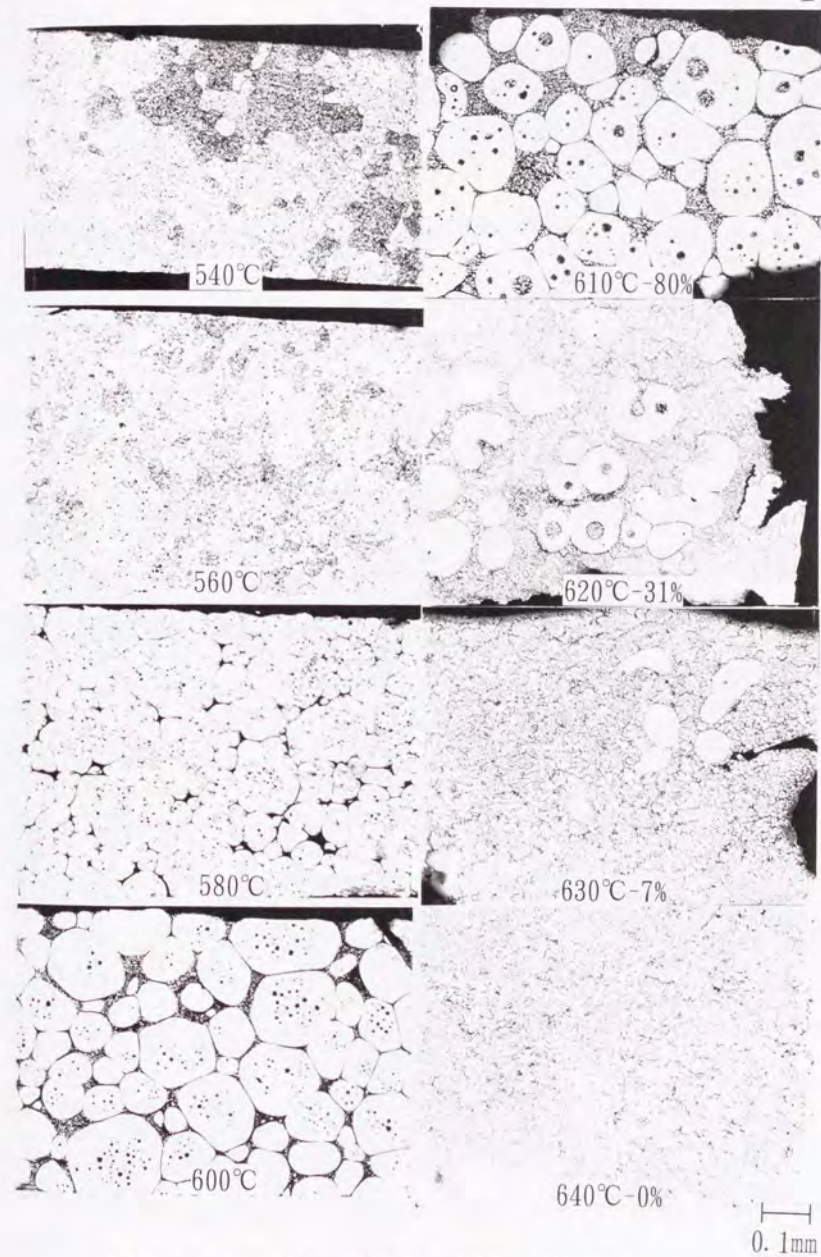


図3-37 温度・固相率と内部組織の関係(A5056)

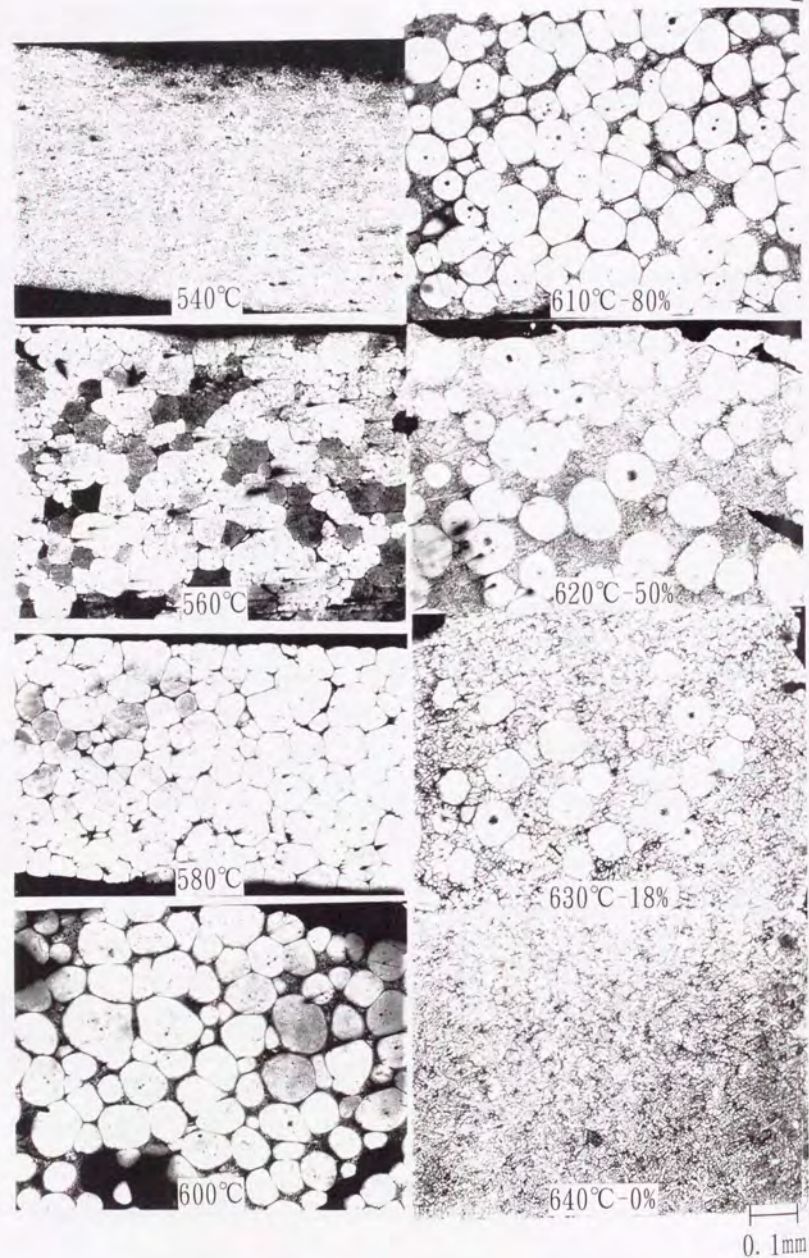


図 3 - 3 8 温度・固相率と内部組織の関係(A7075)

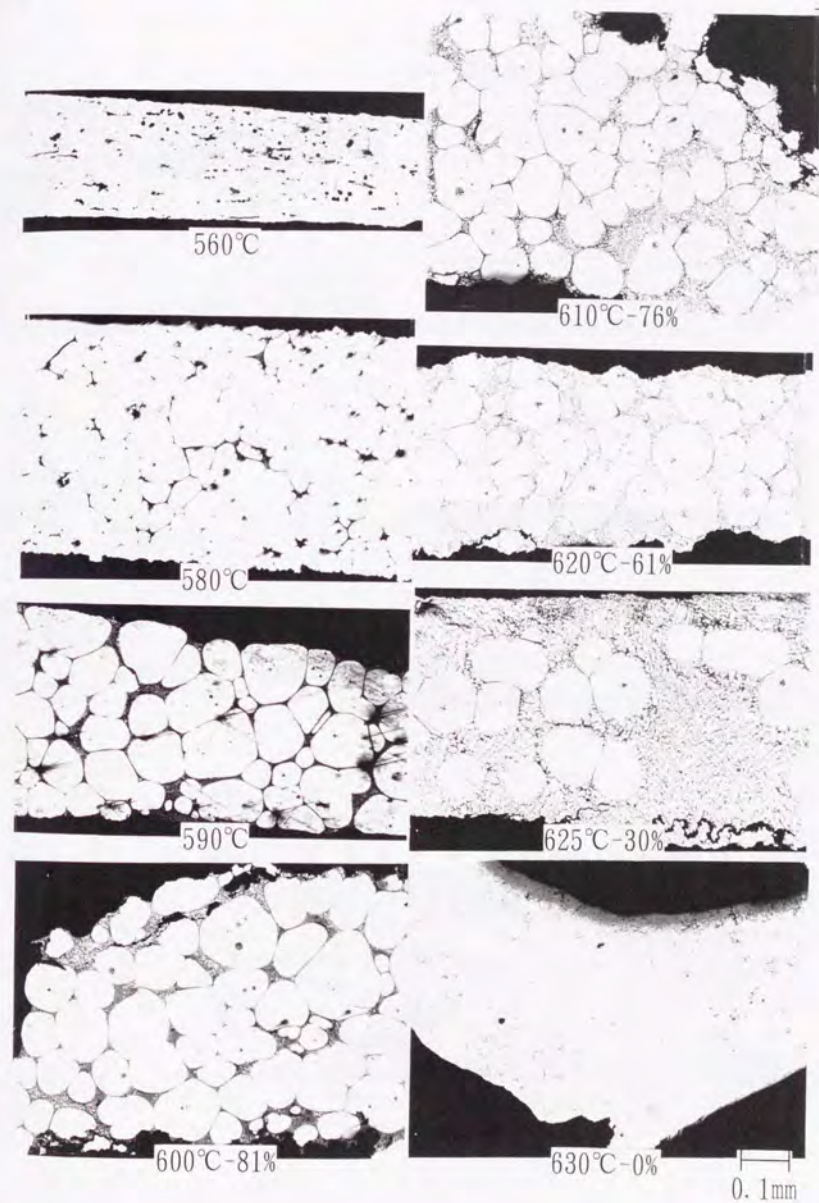


図 3 - 3 9 温度・固相率と内部組織の関係(AC7A)

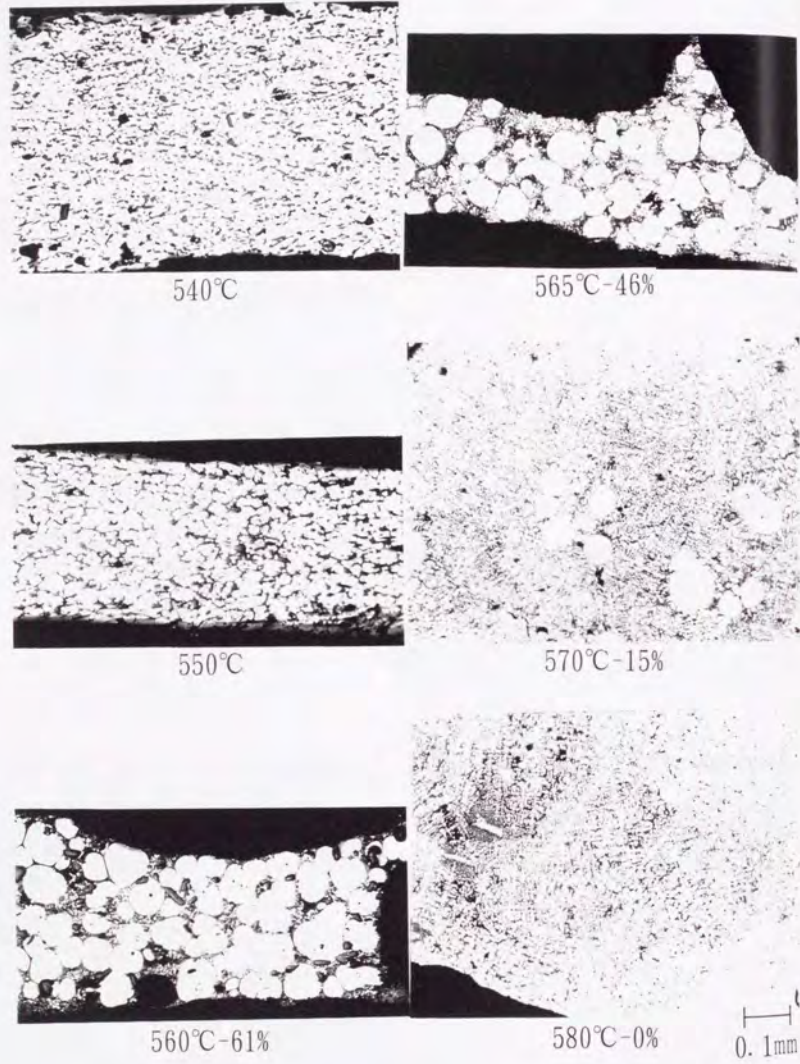


図 3-40 温度・固相率と内部組織の関係(ADC12)



図 3-41 組織凍結法によるC2700の内部組織ならびに 温度と固相率の関係

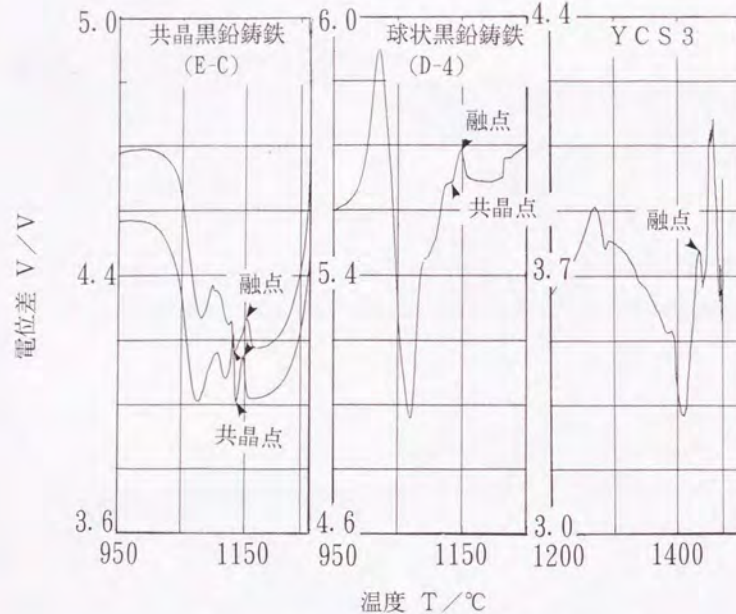


図 3-42 鉄合金の電位差と温度の関係

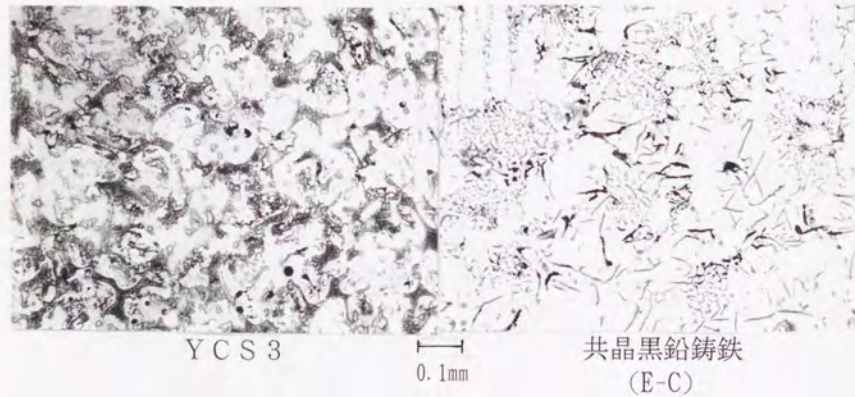


図 3-43 電位差測定後の試験片の内部組織

第 4 章 半凝固処理金属材料の製造法の提案

4.1 緒言

金属溶湯から、一旦鑄造材を造ることなく、連続的に製品を製造するプロセスが近年盛んに研究されている^{34) 39) 41) 45)}。こうした連続製造プロセスにおいては、成形・加工行程に到達する前行程での当該金属材料の性状（微細化・均質化・等軸晶化・強化粒子などの均一分散化）が最終の製品性状に重要な影響をおよぼすことが一般によく知られている。

これまで、溶湯を冷却しつつ攪拌し、生成する樹枝状晶組織を破砕し、固相結晶粒と液相成分とが均一・微細かつ等方的に分散したいわゆる半凝固処理金属材料（以後処理材とする）を製造する方法としては、(a)Flemingsらによって提案されたレオキャスト法（機械攪拌法）^{1) - 26) 30) 43) 44)}、(b)Winterらによって提案された電磁攪拌法^{26) 31) 33) 44)}があり、それぞれ実験室的あるいは半量産的規模での実用化を目指した研究が広く行われている。しかし、レオキャスト法の場合においては、高固相率の処理材の製造が困難であり、高融点金属については工具材料として適切なものが見あたらないこと、電磁攪拌法の場合においては、同様に高固相率の処理材の製造が困難であり、また製造装置が大型化することなどが指摘され、いまだ検討の余地が残されている。

本章では、上述の半凝固処理材製造の問題点を解決すべく、新たにせん断冷却ロール法（SCR法）を提案し^{26) - 29) 32) 36) 38) 40)}、実用合金を対象とした半凝固処理金属材料（SCR材）の製造を試み、その外面性状・内部組織・機械的特性などの調査を行うとともにSCR法の特徴について検討する。

4. 2 実験方法ならびに実験条件

4. 2. 1 実験装置

せん断冷却ロール (SCR) 装置は、回転する一つのロールとロールの約半周を被う固定冷却シューそれに処理材をロールからはぎ取るストリパーから構成される。図4-1にSCR装置の概略を示す。実験は多能加工試験機を改造し製作した1号機と、1号機による実験結果を基に新たに製作した2号機とがある。いずれのSCR装置もその基本的な構成は同じであるが、2号機は1号機と比較し、ロール径・ロール幅・モータ出力がそれぞれ1.5倍・3倍・約5倍大きく、ロール回転速度が約3倍、ロール周速度に換算すると約4.4倍高速化している。表4-1にSCR装置の主な仕様を比較して示す。

4. 2. 2 ロールおよび固定冷却シューの材質・寸法・形状

ロールの材質としては1号機・2号機ともS45Cを使用した。ロール表面は旋盤での並の仕上げのままでありコーティングなど特別な処理は行っていない。1号機のロールの外径は400mm・バレル幅は100mmであり、2号機のロールの外径は600mm・バレル幅は300mmである。

固定冷却シューの材質は1号機・2号機ともSS400である。1号機の固定冷却シューは、厚さ20mm・幅100mm・長さ250mmの鋼板を長さ方向に内径400mmの円弧状に曲げ、それを2枚つなぎ合わせた形状である。2号機の固定冷却シューにおいても1号機と同様に2枚の鋼板をつなぎ合わせた形状であり、1枚の固定冷却シューの寸法は最小厚さ30mm・幅300mm・長さ400mmであり、長さ方向が内径640mmの円弧状になっている。

4. 2. 3 ロールと固定冷却シューとの間隙設定

ロールと固定冷却シューの間隙は、上側（注湯側）が下側（出側）より広く、下側（出側）に向かって狭くなるようにした。間隙の形状に関しては等間隔にするなど種々の選択が考えられるが、今回の一連の実験ではすべて上述の間隙形状に設定した。ただし、ロールと固定冷却シューの間の長さ（間隙長さ）は実験条件因子の一つであり、種々変化させ実験を行った。間隙長さの調節は、固定冷却シュー保持ブロックをロールに対して前後に移動することによって行った。間隙長さは、ロール中心軸位置（高さ）でのロール外周面と固定冷却シュー内表面までの距離を測り、それを代表値とし以後表記する。

4. 2. 4 ロールならびに固定冷却シューの予熱方法

本実験で採用したロールならびに固定冷却シューの予熱方法を図4-2(a)(b)(c)に示す。被処理材が半田の場合は図(a)の方法で行った。すなわち、固定冷却シューの予熱は棒ヒータ（φ10mm、長さ80mm、400W、5本）を固定冷却シュー内に埋め込んで行い、ロールの予熱はプロパンガスバーナ（火口径65・75・100mm、ガス消費量5・6・9kgf/h）を1本ないし2本用いて行った。これによって固定冷却シュー表面は最高300℃程度まで、ロール外周面は最高200℃程度まで予熱することができた。また、被処理材がアルミニウム合金や鉄合金の場合には、図(b)あるいは図(c)の方法を採用した。図(b)は、ロール・固定冷却シューを予め所定位置に固定した状態で予熱する方法であるが、この場合、予熱に必要なガスバーナの設置数が試験機の構造上制限されるため、固定冷却シュー内表面の予熱は最高400℃程度であり、ロール外周面については最高200℃程度までとなる。図(c)は、ロールと固定冷却シューを離して予熱し、実験直前に所定位置に固定する方法である。この方法によると、加熱終了後から注湯までの時間が図(a)(b)の方法より2分程度多くかかるものの、バーナの設置数に制限がなく、ロールならびに固定冷却シュー表面を高温度に予熱することができ、したがって固定冷却シュー内表面は最高550℃程度まで、ロール外周面は最高550℃程度まで予熱できた。なお、図(a)(b)(c)いずれの場合も、予熱する際にはロールを回転させながら加熱し、ロール外周面温度の均熱化をはかった。図4-3はプロパンガスバーナで加熱中の実際の様子を示す。

4. 2. 5 注湯方法

1号機での実験は、溶解炉と黒鉛坩堝を使って所定量（約1700cm³）の被処理材の溶湯を作製し、これをロールと固定冷却シューとの間隙に手動で注ぎ込む方法で行った。その際、滞留する溶湯の量がほぼ一定になるよう目視により観察しながら注湯した。溶湯の飛散を防止するために、角形ロート状のフローガイドを注湯口に設置してあるが、溶湯を貯めておくタンディッシュおよび溶湯の側方への流出を防止するサイドダムなどは取り付けしていない。

2号機での実験は、箱型坩堝（50×30×20 cm）を使い、20～40kgの被処理材を溶解し、手動式の昇降・傾斜機構付フォークリフトにより、溶湯がロールと固定冷却シューから溢れ出ない程度に箱型坩堝を傾斜させ注湯した。1号機と同様にタンディッシュやサイドダムは用いていない。

4. 2. 6 被処理材の材質・凝固開始点

被処理材としては、Pb-19.2%Sn合金、アルミニウム合金ではA2017・A5056・AD C12の3種類、鉄系合金ではFC20相当品・FC30・FCD40・SUS304・S45Cの5種類、

過共晶Al-Si合金ではAl-20%Si合金・Al-29%Si合金の2種類を用いた。

Pb-19.2%Sn合金は実験室で作製した。19.2%は鉛に対して錫が最も多く固溶される値であり、したがって半熔融温度範囲が広く約100℃ある。

A2017, A5056, ADC12は市販のアルミニウム合金である。ADC12はSi成分が10%強(ほぼ共晶組成)含まれているダイキャスト用アルミニウム合金である。

鉄系合金については、市販の片状黒鉛鑄鉄(FC30)・共晶黒鉛鑄鉄(FC20相当品)・球状黒鉛鑄鉄(FCD40)・ステンレス鋼(SUS304)・炭素鋼(S45C)を用いた。

また、晶出物・析出物の微細化と均一分散化の様子について検討するために、被処理材にAl-20%Si合金やAl-29%Si合金など過共晶Al-Si合金を用いた実験を行った。これらの過共晶合金は、純アルミニウム(A1070)溶湯中に99.0%純度の金属シリコンを混入溶解し作製した。図4-4は過共晶Al-Si合金の冷却曲線を示し、図4-5にはAl-Si系合金の状態図を示す。状態図から求めた代表的なAl-Si成分の凝固開始温度、共晶点温度ならびに実験に用いた組成を図中に記す。Al-Si合金は、鑄込み時の流動性および充填性が良く、耐摩耗性に優れかつ低熱膨張であるため、鑄造あるいはダイカスト法によるシリンダやピストン製造材料として使用されている。ただし、共晶Siや初晶Siなどの晶出物の大きさや形状ならびにそれらの分布が処理材の機械的特性に重要な影響をおよぼすため、粉末焼結法、攪拌合成法¹⁸⁾、Na元素やP元素の添加法など、晶出物の微細化や均一分散化を目的とした各種の研究・開発が盛んに行われている。

各被処理材の凝固開始温度と凝固終了温度は、概略、Pb-19.2%Sn合金では272℃-178℃・A2017では641℃(635℃)-513℃・A5056では638℃-568℃・ADC12では565℃-不明・FC30では1183℃-不明・FC20相当では1183℃-不明・FCD40では1189℃-不明・SUS304では1450℃-不明・S45Cでは1495℃-不明・Al-20%Si合金では692℃-576℃・Al-29%Si合金では805℃-576℃である。

4. 2. 7 実験手順

実験手順は以下の通りである。

- (a)所定量の試料を坩堝を用い溶解炉にて溶解する。
 - (b)(a)と同時に、ロールと固定冷却シューをガスバーナーなどで予熱する。
 - (c)溶湯ならびにロール・固定冷却シューが所定の温度に達した後に、坩堝をSCR装置の上方へ移す。
 - (d)坩堝を傾斜させ注湯する。
 - (e)内面を断熱材で被った容器に、SCR装置から排出された半凝固処理材を取納し、大気中に放置し自然冷却する。
- 図4-6に2号機による注湯までの様子を示す。

4. 2. 8 実験条件

SCR法における製造条件因子として、(a)被処理材温度(溶湯温度):T、(b)ロールならびに固定冷却シューの予熱温度: T_r 、(c)ロールと固定冷却シューとの間隙長さ:L、(d)ロールの回転速度:R、の4項目をとりあげ、表4-2に示す範囲で実験を行った。

4. 3 実験結果および考察

4. 3. 1 S C R材の外面性状の調査

製造条件とそれによって得られた半凝固処理材（以後、S C R法により得られた半凝固処理材をS C R材と表記する）の外面性状との関係について、各処理材の材質ごとにまとめて以下に示す。

(1) Pb-19.2%Sn合金

図4-7は、Pb-19.2%Sn合金のS C R材の外面性状を、(a)流体状：低固相率スラリー状、(b)半凝固状：高固相率スラリー状、(c)粉末箔片状に分類して示す。製造条件の変化にしたがって外面性状が大きく変化していることがわかる。

図4-8(a)(b)は、ロールと固定冷却シュウの間隙 L が5mmと10mmの場合における、各製造条件とS C R材の外面性状との関係を示す。溶湯温度 T を液相線温度（凝固開始点） T_L で割った値を無次元化溶湯温度 T/T_L とし、工具温度 T_T （ロール表面温度と固定冷却シュウ表面温度を平均した値）を液相線温度 T_L で割った値を無次元化工具温度 T_T/T_L とし、それぞれ縦軸・横軸にとって結果を整理して示す。図から、粉末状あるいは箔片状となる条件は、ロールならびに固定冷却シュウを予熱しない場合か、または無次元化溶湯温度 T/T_L が1.5以下でかつ無次元化工具温度 T_T/T_L が0.4以下の場合である。一方、S C R材が流体状となって排出される条件は、概略、 T/T_L が1.6以上かつ T_T/T_L が0.5以上の範囲の場合である。上記以外の範囲では半凝固状のS C R材が製造できる。

(2) A2017

図4-9は、A2017のS C R材の外面性状を示す。Pb-19.2%Sn合金と同じく、製造条件の違いに対して外面性状は大きく異なっている。この場合もS C R材は図に示すように、(a)流体状：低固相率スラリー状、(b)半凝固状：高固相率スラリー状、(c)粉末箔片状に分類できる。

図4-10(a)は、ロールと固定冷却シュウとの間隙 L が8mmでかつロール回転速度 R が112rpm（周速2.3m/s）、図(b)は $L=5\text{mm}$ ・ $R=112\text{rpm}$ 、図(c)は $L=8\text{mm}$ ・ $R=60\text{rpm}$ （周速1.3m/s）の場合のS C R材の外面性状を示す。図(a)から、 T/T_L が1.4以下でかつ T_T/T_L が0.6以下の場合には粉末箔片状、 T/T_L が0.9から1.1の範囲でかつ T_T/T_L が0.6から0.8の範囲では半凝固状、 T/T_L が1.1以上かつ T_T/T_L が0.6以上では流体状のS C R材が得られることがわかる。

また図(a)と図(b)の結果を比較して、図(b)の $L=5\text{mm}$ では $T/T_L=1.1$ かつ $T_T/T_L=0.8$ の場合に半凝固状であるのに対し、図(a)の $L=8\text{mm}$ に対応する条件では流体状

のS C R材が得られ、図(b)の製造条件の方が図(a)の製造条件より被処理材に対する抜熱量の大きいことがわかる。

(3) A5056

図4-11は、同様にA5056のS C R材の外面性状ならびにそれらを、(a)流体状：低固相率スラリー状、(b)半凝固状：高固相率スラリー状、(c)粉末箔片状に分類した結果を示す。Pb-19.2%Sn合金・A2017と同じく、製造条件の違いに対して外面性状は大きく異なっている。

(4) ADC12

図4-12は、ADC12のS C R材の外面性状を示す。この場合も、製造条件の相違によって、S C R材が流体状から半凝固状に変化している様子がわかる。

図4-13は、 $L=8\text{mm}$ ・ $R=112\text{rpm}$ の同一条件におけるA2017・A5056およびADC12の製造条件と外面性状との関係を比較して示す。ADC12合金はA2017・A5056と多少異なった結果となっているが、A2017とA5056については同様な結果となっている。

(5) 鉄系合金

図4-14は、ロールと固定冷却シュウを予熱しない場合と、これらを650℃程度まで予熱した場合とのS C R材の外面性状を鉄系合金の各材質ごとに比較して示す。ロールと固定冷却シュウを予熱しない場合には、いずれも箔片状となるのに対し、ロールと固定冷却シュウを650℃程度まで予熱した場合には、鋳鉄では半凝固状となり、SUS304ではフレイク状またはチップ状となった。なお、S45Cでは、S C R装置に対し過負荷となる製造条件であったためと思われるが、途中でロールの回転が止まり溶湯の全量を半凝固化処理することはできなかった。一部製造されたS C R材の外面性状は箔片状であった。図4-15は、鉄系合金の外面性状の結果をまとめて示す。

(6) 過共晶Al-Si合金

図4-16は、過共晶Al-Si合金のS C R材の外面性状を示す。図に示すような半凝固状のS C R材が得られた。ただし、実験開始時に若干の箔片状のS C R材が排出されるが、これは工具（ロール・固定冷却シュウ）を予熱していないためであり、工具の昇温とともに半凝固状のS C R材が定常的に得られた。S C R材を縦横に切断し、その断面を目視により観察した結果を図4-17に示す。空気の巻き込みのためと思われる空隙が所々あるが、全体的には連続した固体（バルク状）となっている。

(7) 製造過程中的の外性状の推移

図4-18は、半凝固スラリー状にSCR材が製造されつつある状態でロールの回転を停止させた際の、間隙内ならびに出側付近に残留した被処理材の様子を示す。図から、被処理材は間隙内の隅々まで充滿し、出口において板状の高固相率スラリー状となって排出されていることがわかる。これらの観察結果から、SCR材の外性状が流体状（低固相率スラリー状）・半凝固状（高固相率スラリー状）・粉末箔片状となり排出される過程については以下のように考察される。

図4-19にその概要を模式的に示す。

- (a) ロール表面ならびに固定冷却シュエに接触した溶湯は瞬時に冷却され、ロール表面ならびに固定冷却シュエ上の一部に凝固層が形成される。
- (b) 形成された凝固層の一部または多くは、はく離して溶湯中に分散し、新たな凝固層が形成される。このような現象が繰り返される。
- (c) 溶湯すなわち被処理材はロールの回転によってせん断力を受けつつ間隙の下方に移動する。
- (d) ロールならびに固定冷却シュエとの新たな接触によって被処理材はさらに冷却され、完全溶融域が消滅し、半凝固状態に変化する。
- (e) 高固相率（約0.6以上）状態にある半凝固材にせん断力が加わると結晶粒界が容易に分離し、被処理材は分断される。分断された材料は、工具からの冷却によってに再び結合することはない。

(a)から(d)または(e)までの一連の過程が、放熱速度との関係で、間隙内のどの位置で終了するかによって、SCR材の外性状が、流体状・半凝固状・チップ状・粉末状・箔片状となる。

4. 3. 2 SCR材の内部組織の調査

金属顕微鏡によるSCR材の内部組織の観察結果を、被処理材の各材質ごとにまとめて以下に示す。

(1) Pb-19.2%Sn合金

図4-20(a)は、SCR装置へ供給する前の溶湯を少量水中に投じた際の急冷凝固組織を示し、図(b)は、同じく溶湯をセラミックス綿上に放置し大気中にて自然冷却した際の徐冷凝固組織を示す。図の白く見える箇所には錫元素が多量に含有されており、黒く見える箇所には鉛元素が多量に含有されている。図から、急冷凝固材は徐冷凝固材と比較して数十分の一程度に結晶組織が微細化しているものの、いずれも樹枝状晶組織であることがわかる。

各製造条件がSCR材の内部組織におよぼす影響について調べた結果を図4-

21(a)(b)(c)に示す。図(a)に示すSCR材の結晶の大きさは、図4-20(a)の急冷凝固材の結晶の大きさとほぼ同じであり、図4-21(c)に示す結晶の大きさは図4-20(b)の徐冷凝固材の結晶の大きさとほぼ同じである。また図4-21(b)の結晶の大きさは、図4-21(a)(c)の組織の中間の大きさとなっている。しかしSCR材の内部組織の形態はいずれの場合も丸みのある等軸晶組織となっているのに対し、凝固材では樹枝状晶組織となっていて、この点に関してSCR材と凝固材とは大きく異なる。

(2) A2017

図4-22は、市販のA2017鋳造材の内部組織を示す。結晶粒は樹枝状晶組織を呈し、その大きさはおよそ0.1~0.3mmであることがわかる。

図4-23(a)(b)は、Pb-19.2%Sn合金と同様に、SCR装置に供給する前の被処理材の冷却速度が被処理材の凝固組織におよぼす影響を示す。図(a)は776℃の溶湯状態からの急冷（水冷）凝固組織を示し、図(b)は徐冷（空冷）凝固組織を示す。急冷凝固組織は徐冷凝固組織と比べて結晶粒が約1桁小さく、10μm程の大きさの結晶粒となっている。いずれも樹枝状組織である。

図4-24(a)は、せん断冷却ロール法により板状に排出されたSCR材の縦断面形状を示す。図中の数字は、1が排出されたSCR材の先端にあたり、9が後端にあたる。図(b)は、上記SCR材断面の数字で示された箇所の内部組織を番号順に並べ、排出された処理材の内部組織の均一性について調査した結果を示す。処理材の先端から後端まで結晶粒の大きさと形状はほぼ等しく、均一な内部組織となっていることがわかる。

図4-25(a)(b)(c)は、各製造条件がSCR材の内部組織におよぼす影響を示す。外性状が半凝固状（高固相率スラリー状）に排出されたSCR材の結晶粒は、丸みをおびた直径30~100μmの大きさであり、粉末状に排出されたSCR材の結晶粒は、さらに微細化していることがわかる。

図4-26(a)(b)(c)は、他の製造条件をほぼ同じとし、工具温度 T_T を変化させた際のSCR材の内部組織を示す。ここでいう工具温度とは、ロール温度と固定冷却シュエ温度とを平均した値である。図から、工具温度に対して内部組織は敏感であり、例えば、図(a)(c)で、無次元化工具温度 T_T/T_L （ T_L =被処理材の液相線温度）が0.66から0.76へとわずか0.1（A2017の場合約64℃に相当する）高くなるだけで、結晶粒の大きさは4~5倍大きくなっていることがわかる。

図4-27は、ロールと固定冷却シュエ間の間隙 L がSCR材の内部組織におよぼす影響を示す。 $L=5\text{mm}$ の内部組織の方が $L=8\text{mm}$ の内部組織より結晶粒の大きさが約半分程度になっている。

図4-28は、ロール・固定冷却シュアの予熱温度が約100℃ ($T_r/T_L=0.17$ から0.19)でロール回転速度が異なる場合の、半凝固処理材の外面性状と内部組織を示す(図4-45(b)も参照)。ロールの回転速度が遅くなるほど、外面性状は、箔片状→チップ状→板状に変化している。内部組織については、ロールの回転速度が遅くなるほど、結晶粒の大きさは10~30 μm →20~50 μm →100 μm 以上の等軸晶に変化し、粗大化してくることがわかる。

図4-29は、ロール・固定冷却シュアの予熱温度を約300℃ ($T_r/T_L=0.47$ から0.56)とし、ロール回転速度が異なる場合における半凝固処理材の外面性状と内部組織を示す(図4-45(d)も参照)。粉末状→チップ状→スラリー状となっている。内部組織をみると、ロールの回転速度が遅くなるにつれて、結晶粒の大きさが20~50 μm →70~130 μm →150 μm 以上の等軸晶と変化し、粗大化してくることがわかる。

そのほか、溶湯温度がS C R材の内部組織におよぼす影響について調査した結果、無次元化溶湯温度 T/T_L (T =溶湯温度)が0.1程度(A2017の場合約64℃に相当)の変化では、処理材の内部組織に影響はなかった。

(3) A5056

S C R装置に供給する前のA5056溶湯を用い、その材料の冷却速度が凝固組織におよぼす影響について調査した結果を図4-30に示す。図の左は急冷(水冷)凝固組織を示し、右は徐冷(空冷)凝固組織を示す。図4-23のA2017の場合と同様に、両者は樹枝状組織であり、急凝固材は徐凝固材と比べて結晶粒の大きさが約1桁小さくなっていることがわかる。

図4-31(a)はS C R材の縦断面形状を示し、図(b)は、図(a)に示す番号位置における内部組織を示す。図から、排出されたS C R材の先端から後端までいずれの箇所においても結晶粒の大きさならびに形状はほぼ同じであることがわかる。

図4-32は、各製造条件がS C R材の内部組織におよぼす影響を示す。これらの内部組織は、S C R材の外面性状の結果とよく対応し、S C R材の外面性状が粉末箔片状→半凝固状(高固相率スラリー状)→流体状(低固相率スラリー状)と変化するにしたがってその大きさは数倍大きくなっていることがわかる。結晶粒はいずれも球状の等軸晶である。

(4) ADC12

S C R装置に供給する前のADC12の溶湯を取り出し、冷却速度が凝固組織におよぼす影響について調べた結果を図4-33に示す。図中の針状に見える部分は共晶Siである。徐凝固組織では、共晶Siが十分に成長し晶出しているのに対して、

急凝固材では細かく分散している。また、急凝固組織には初晶デンドライト組織が見られ、冷却開始温度が高いほど、初晶デンドライト組織を含む全体の組織が細かくなっている。

図4-34は、S C R法の製造条件がS C R材の内部組織におよぼす影響を示す。図4-33と比較し、製造条件によっては、共晶Siが針状から塊状になっていること、結晶粒の形状が丸みを帯びていることなどが観察できる。

(5) 鉄系合金

図4-35・図4-36は、共晶黒鉛鋳鉄(FC20相当)ならびにステンレス鋼(SUS304)を例に取り、S C R装置に供給する前の被処理材の内部組織を示す。各図の(a)は市販材の内部組織、(b)は溶解後の空凝固組織、(c)は溶解後の水凝固組織である。同一材料でも冷却条件の違いにより内部組織は大きく異なる。また、溶湯を空凝固または水凝固した各図の(b)(c)ではいずれも樹枝状晶組織となっている点に注意されたい。

図4-37はS C R材の内部組織を示す。図から、ロール・固定冷却シュアを予熱しない場合には、急冷効果によるものと思われる微細な黒鉛(炭素成分)の析出が見られること(FC20相当、FCD40、S45C参照)、また結晶粒の大きさや形状も微細な等軸晶組織となっていること(FC20相当、SUS304参照)がわかる。一方、ロールや固定冷却シュアを650℃程度まで予熱した場合には、鋳鉄(FC20相当・FCD40)では片状あるいは球状に黒鉛が析出し、結晶粒の形状は等軸晶組織となっていること、SUS304やS45Cではいずれも均一な等軸晶組織となっているものの、予熱の効果が明確ではなく、予熱しない場合と比べ内部組織の変化は小さいことなどがわかる。

図4-38は、球状黒鉛鋳鉄(FCD40)を例にとり、低固相率スラリー状に排出されたS C R材の断面形状ならびに断面各位置における内部組織を観察し、S C R材の内部組織の均一性について検討した結果を示す。結晶粒の大きさならびに析出した黒鉛の形状や大きさは断面各位置においてほぼ等しく、均一なS C R材が製造できていることがわかる。

鉄系合金での一連の結果は、半田やアルミ合金などの低融点合金で得られた結果と同じ傾向を示す。

(6) 過共晶Al-Si合金

図4-39(a)(b)は被処理材と同一成分の完全溶湯からの凝固組織を示す。図(a)は急冷(水冷)凝固組織、図(b)は徐冷(空冷)凝固組織である。Al-20%Si合金、Al-29%Si合金のいずれの場合も、図(a)の急凝固組織においては、数十 μm

程度の初晶Siが塊状に晶出し、また初晶の α 固溶体が樹枝状に晶出し、それらの間を $\alpha + \text{Si}$ の共晶組成が埋めつくした内部組織となっているのに対し、図(b)の徐凝固組織では、初晶Siは異方性をもちつつ一段と粗大化し、また共晶Siが α 固溶体中に針状(偏平状)に晶出した組織となっていることがわかる。

図4-40は、排出されたSCR材の内部組織を示す。図4-39(b)の徐凝固組織に見られるような粗大化した初晶SiはSCR材には見られず、大きさ数十 μm の塊状(粒状)の初晶Siが均一に分散した内部組織となっている。また、図4-39(a)の急凝固組織に見られる樹枝状に発達した初晶 α 固溶体もSCR材には見られず、 α 固溶体はほぼ等軸晶の集合体となっている。

(7) 製造過程の内部組織の推移

図4-41は、被処理材質がA5056の場合の、図4-18のかみ止め部の幅方向中心位置での縦断面形状を示し、図4-42は、図4-41に示す番号位置におけるロール接触近傍と固定冷却シュー接触近傍での内部組織を示す。ただし、図に示す内部組織はかみ止め後自然冷却によって得られた凝固組織である点に注意されたい。図から、12番にあたる入口部近傍位置の内部組織では、結晶粒が図4-30(b)に示すように粗大化し多角形を呈していることから、溶湯が単に徐凝固した組織であることがわかる。11番・10番にあたる間隙の中央部位置に移るにしたがって結晶粒は球状化してきており、したがって、この位置付近からロールによるせん断作用の影響が現れてきていると思われる。さらに9番・8番にあたる出口側近傍位置に近づくと、結晶粒の球状化が一段と顕著となりせん断作用の影響が強まってきていることがわかる。

図4-43(a)は、被処理材質がS45Cの場合において、ロールと固定冷却シューの間隙内および入側・出側付近に残留凝固した被処理材の外観を示し、図(b)は入側付近に残留した溶湯の空冷後の内部組織を示し、図(c)は箔片状に排出されたSCR処理材の内部組織を示す。なお、この場合の実験条件は、溶湯温度は1539 $^{\circ}\text{C}$ 、ロールと固定冷却シューの予熱温度はそれぞれ約684 $^{\circ}\text{C}$ ・約640 $^{\circ}\text{C}$ 、排出直後のSCR材の温度は約750 $^{\circ}\text{C}$ であった。図(a)に示すように、ロールと固定冷却シューの間隙の中段位置から出側近傍にかけて被処理材の流動状態が大きく変化していることから、おおよそこの位置において凝固が完了したことがわかる。

図4-44は、図4-43に示したロールと固定冷却シュー内に残留凝固した被処理材の、図中に示す位置での空冷後の内部組織を示す。これらの一連の図から、溶湯がロールと固定冷却シューの間隙を通過する間に冷却され、かつせん断力をうけ、内部組織が次第に細くなってきていることがわかる。なお、写真の白地はフェライト組織であり、黒地はパーライト組織である。

4. 3. 3 SCR材の外面性状と内部組織の関係

図4-45は、ロール・固定冷却シューの予熱温度が処理材の外面性状と内部組織におよぼす影響について示す。予熱温度の上昇とともに外面性状は、箔片状→粉末状→スラリー状と変化している。内部組織を見ると、箔片状に排出された処理材は直径10 μm 程度の等軸晶であり、粉末状に排出された処理材では30 μm から50 μm の球形の等軸晶であり、スラリー状に排出された処理材では30 μm から50 μm の等軸晶と150 μm から200 μm の等軸晶が混在していることがわかる。

図4-46は、せん断冷却ロール法により製造された処理材の、自然冷却後の内部組織と外面性状との関係についてまとめた結果を示す。単に金属の溶湯を凝固させた組織では、急凝固と徐凝固のいずれの場合も樹枝状晶組織あるいは柱状晶組織となっているのに対し、SCR材の外面性状と内部組織の関係については以下のようにまとめることができる。

- (a)外面性状が流体状(低固相率)で排出された場合では、その内部組織は数百 μm の多角形状の結晶粒が集合した組織、あるいは、数百 μm の結晶粒と100 μm 以下の大小の結晶粒が混在した組織となっている。
- (b)外面性状が半凝固スラリー状(中固相率)で排出された場合では、その内部組織は数百 μm の大小の結晶粒と100 μm 以下の結晶粒が混在した組織、あるいは、50~100 μm 程度の球形の結晶粒が集合した組織となっている。
- (c)外面性状が粉末箔片状(高固相率)で排出された場合では、その内部組織は30~50 μm 程度の球形の結晶粒が集合した組織となっている。

4. 4 S C R材の特性調査

4. 4. 1 内部組織の熱変化特性

(1) アルミニウム合金

図4-47は、A2017とADC12のS C R材の冷却曲線とS C R材の母材（半凝固処理する前の材料）の冷却曲線とを対比して示す。図から、S C R材と母材との凝固開始点および凝固終了点は、 $\pm 1.5^\circ\text{C}$ 程度の誤差範囲内にあり、両者は良い一致を示している。この結果は、S C R材の製造過程において、合金組成に変化がなかったことを示している。

図4-48は、A2017のS C R材の試片（縦横7mm、厚さ2mm程度）を $400^\circ\text{C} \cdot 500^\circ\text{C} \cdot 540^\circ\text{C} \cdot 600^\circ\text{C} \cdot 620^\circ\text{C}$ に再加熱し、15分間保持した後に水冷凍結して得られた内部組織を比較して示す。図から、約 400°C では、S C R材の内部組織がそのまま保持されており、 500°C から 550°C 程度では、結晶粒の大きさはS C R処理材の内部組織と比べ大きな違いはないものの、結晶粒の形状については多角化している。約 600°C では再結晶化が進み結晶粒が元の結晶粒より3~5倍に成長していることがわかる。

図4-49は、A2017 S C R材の内部組織におよぼす温度保持時間の影響を示す。図(a)に示したA2017の凝固終了点直下（約 10°C 低い）の 500°C で、12時間保持した場合の内部組織は、図4-48に示したS C R材の内部組織と比較し、結晶粒の大きさに関してはほぼ同じであるが、結晶粒の形状に関しては多角形化している。図4-49(b)(c)は、A2017の凝固終了点直上（約 10°C 高い）の 520°C において、保持時間を15分と60分とした場合の内部組織である。保持時間が15分の場合は再結晶化の途中の段階であると考えられ、保持時間が60分の場合には再結晶が大幅に進行していることがわかる。

(2) 鉄系合金

図4-50は、片状黒鉛鑄鉄(FC30)・球状黒鉛鑄鉄(FCD40)・共晶黒鉛鑄鉄(FC20相当)のS C R材の冷却曲線と、母材の冷却曲線とを対比して示す。図から、S C R材と母材の凝固開始点および凝固終了点は、 $\pm 5^\circ\text{C}$ 程度（ 1200°C に対し1%以下）の範囲内にあり、両者は良い一致を示している。この結果は、S C R材の製造過程において、合金組成に変化がなかったことを意味している。

図4-51は、共晶黒鉛鑄鉄(FC20相当)のS C R材の試片（約5-5.5mm）をそれぞれ $1131^\circ\text{C} \cdot 1145^\circ\text{C} \cdot 1160^\circ\text{C} \cdot 1175^\circ\text{C}$ に再加熱し、その温度に15分間保持した後に水冷凍結して得られた内部組織を比較して示す。S C R材を凝固終了点（約 1145°C ）を越える温度に加熱保持すると、再結晶化が急激に進行してくることが

わかる。同様な傾向は球状黒鉛鑄鉄(FCD40)についても見られた。

図4-52は、共晶黒鉛鑄鉄(FC20相当)の、S C R材の内部組織におよぼす温度保持時間の影響を示す。図は、凝固終了点上の 1145°C において、保持時間を15分と60分とした場合の内部組織である。保持時間が15分の場合は再結晶化の初期段階と考えられ、保持時間が60分の場合は再結晶化が相当程度進行していることがわかる。

4. 4. 2 硬さ特性

図4-53は、ADC12、A2017、A5056のS C R材の各位置におけるマイクロビッカース硬さ（500gf）の分布を示す。排出されたS C R材の先端から後端まで、硬さは ± 5 程度のバラツキの範囲におさまり、ほぼ均一な値となっている。

図4-54は、A2017 S C R材について無次元化工具温度 T_T/T_L が（マイクロビッカース）硬さ（500gf）におよぼす影響を示す。 T_T/T_L の値が小さくなるにしたがって硬さが大きくなってきている。この結果は、通常の金属材料においていえるように、硬さは結晶粒の大きさと相関性があるといった事象と一致している。

図4-55は過共晶Al-Si合金について、ロックウェル硬さ試験機のHスケールを用い、同一材質の鑄造材と比較しつつ検討した結果を示す。S C R材の硬さは、急冷凝固材や徐冷凝固材より低い値を示している。S C R材が、比較したどの材料よりも軟らかくなる事実は、後述する圧縮変形抵抗の結果とも関係し、S C R材を二次加工する場合には都合の良い特性であるといえる。

4. 4. 3 圧縮強度特性³⁷⁾

(1) 試験片および試験条件

a) 試験片

試験片材質としてはA2017ならびに過共晶Al-29%Si合金を用いた。A2017については、S C R法で半凝固処理された材料（S C R材）と、金型予熱有り（C S C材）と金型予熱なし（C Q C材）の条件で鑄造した材料とを用いた。鑄造により作製した試験片には、鑄造組織の異方性が圧縮特性におよぼす影響を調査するために、鑄込み方向（V）とそれと直角方向（H）から切り出したものがある。また、試験片は、製出されたままのもの（F処理材）と、溶体化処理（ $500^\circ\text{C} \cdot 2$ 時間-水冷）後焼きなまし（ $400^\circ\text{C} \cdot 2$ 時間-炉冷）したもの（T処理材）との区別があり、それぞれ直径10mm・高さ15mmの円柱状に旋盤により作製した。試験片を採取する方法ならびに試験片の寸法・形状を図4-56に示す。

b) 試験条件

圧縮試験は、カムプラストメータを用い、圧縮ひずみ速度を0.46~0.49の範囲で、試験温度を室温と450℃の2水準を選んで行った。試験片と圧縮工具端面には、室温の場合にはゲリスを塗布し、450℃の場合には黒鉛粉を塗布した。圧縮試験条件を表4-3にまとめて示す。

c) 圧縮前の試験片の内部組織

圧縮試験前のCQC材とCSC材の、鋳込み方向とそれに直角方向の内部組織を図4-57に示す。CQC材の結晶粒径は10~100 μ m程度であるのに対し、金型を予熱(約700℃)したCSC材は、粒径が200~400 μ mとなっている。また、いずれも樹枝状を呈している。鋳込み方向(V)とそれに直角方向(H)の内部組織の違いは明確でない。同じく圧縮試験前のSCR材の内部組織を図4-58に示す。SCR材は、図中に示す製造条件において半凝固処理され、大気中で自然冷却されたものである。直径20~80 μ m程度の大小の球状の結晶粒が稠密に詰まった組織となっていることがわかる。

図4-59は、鋳造材とSCR材の、溶体化処理かつ焼きなまし後の内部組織を示す。鋳造材では微細な析出物が一面に分散しているのに対し、SCR材では塊状の析出物が粒界に偏在していることがわかる。

(2) 圧縮試験結果および考察

a) 応力とひずみの関係

図4-60は、SCR材・CQC材・CSC材の圧縮試験から得られた真応力-対数ひずみ線図を、(a)室温と450℃の圧縮温度に分け、(b)室温での圧縮試験の場合にはF処理材とT処理材ごとに区別し、(c)さらにSCR材については製造条件ごとに、(d)鋳造材についてはV方向・H方向ごとにまとめて示す。図から以下のことがわかる。

- ① SCR材(Test No.52)のF処理・室温での圧縮試験では、0.4から0.5のひずみの範囲でせん断破壊が生じた。T処理・室温および450℃での圧縮試験では、せん断破壊することなく、予定していたひずみ(約0.6)まで圧縮できた。全体的にみて、SCR材の製造条件の違いが応力-ひずみ線図におよぼす影響は小さい。
- ② CQC材のF処理・室温での圧縮試験では、H方向の試験片は0.3前後のひずみでせん断破壊が生じた。また、H方向の試験片はV方向の試験片と比較して、各ひずみに対して約10%程度低い応力値となった。T処理・室温ならびに450℃での圧縮試験では、試験片の採取方向の違いが応力-ひずみ線図におよぼす影響は小さい。

- ③ CSC材では、F処理・T処理共に室温および450℃での圧縮試験で、ほぼ予定していたひずみ量(約0.7)まで圧縮できた。また、試験片の採取方向の違いが応力-ひずみ線図におよぼす影響は小さい。

表4-4は、SCR材・CQC材・CSC材の真応力-対数ひずみ線図を $\sigma = k\epsilon^n$ の近似式に表した際のkとnの値を示す。また図4-61は、ひずみ0.3における真応力(変形抵抗値) $\sigma_{0.3}$ を代表値にとり、それぞれ比較して示す。表4-4、図4-61から、以下のことがわかる。

- ① F処理・室温での圧縮試験では、k値は、CQC材・CSC材の方がSCR材より小さく、n値は、CQC材・CSC材の方がSCR材より若干大きくなっている。また、 $\sigma_{0.3}$ を試験片素材ごとに比較すると、SCR材、CQC材、CSC材の順に低くなっており、SCR材とCQC材では、SCR材の方がCQC材より10%強大きい値となっている。この理由としては、SCR材とCQC材の、内部組織を構成する結晶粒の大きさ・形状の相違、結晶粒界ならびにその近傍に析出している析出物の大きさ・形状・分布の相違、素材の作製時に発生した熱的ひずみの相違、などの影響が考えられるが、詳細については不明である。
- ② T処理・室温での圧縮試験において、k値はCQC材・CSC材の方がSCR材より大きく、n値に関してもCQC材・CSC材の方がSCR材より大きい。また、 $\sigma_{0.3}$ については、SCR材の方がCQC材より約10%程度小さくなっている。この理由としては、図4-59の熱処理後の内部組織観察から、試験片内部に析出した析出物の大きさや分布の違いによる影響であることが推測されるが、詳細については不明である。
- ③ 450℃での圧縮試験では、k値とn値は、SCR材・CQC材・CSC材ともほぼ同じ値となっている。

図4-62は、Al-29%Si合金の一軸圧縮試験から得られた真応力-対数ひずみ曲線を鋳造材のそれと比較して示す。結果として、

- ① 一軸圧縮強さは、急凝固材、SCR材、徐凝固材の順に低くなっていること、
 - ② いずれも予定していたひずみ(約0.6)以下でせん断破壊したが、徐凝固材が応力-ひずみ曲線の立ち上がり途中(0.05程度のひずみ)で破壊しているのに対し、SCR材は急凝固材と同じように、0.1から0.3のひずみまで圧縮可能であること、
- などが判明した。

b) 圧縮後の試験片側面のあらさ

A2017のF処理・室温での圧縮試験後の試験片側面（自由表面）の周方向あらさを図4-63(a)に示す。SCR材は $R_{\max}=25\mu\text{m}$ であり、CQC材は $R_{\max}=40\mu\text{m}$ 、CSC材は $R_{\max}=120\mu\text{m}$ となっている。図(b)は、T処理・室温の圧縮試験後の試験片側面（自由表面）の周方向あらさを示す。この場合も、SCR材の表面あらさが最も小さい値となっている。

図4-64は圧縮試験後の試験片の内部組織を示す。SCR材の内部組織は、CQC材と比べ結晶粒の大きさはほぼ等しいが、形状はSCR材の方がより球形化している。CQC材の表面あらさよりも、SCR材の方が小さい値となっている原因については、(a)結晶粒の形状、(b)結晶粒の大きさ、(c)析出物・晶出物の大きさ分布などの相違が考えられるが、詳細については不明であり、今後の検討課題である。

4. 4. 4 押出し加工特性³⁵⁾

せん断冷却ロール法により半凝固処理されたアルミニウム合金素材を用い、これを再び熱間・半溶融状態にまで再加熱し、押出し加工を行い、その際の加工特性ならびに製品特性について、樹枝状組織を有する通常の鋳造材を用いた場合と比較しつつ検討した結果について示す。

なお、押出し加工は、横型100トン押出し試験機（図5-1）を使用し、直径4mmと10mm、ダイスペアリング長さはいずれも8mm、ダイス角度は180度の2種類のダイスを用いて行った。試験の手順は、被加工材（ビレット）を予めコンテナ内にセットし、コンテナとビレットとを同時に加熱し、目的とする温度に約15分間保持した後に、0.6~0.7mm/sのラム速度で前方に押出す、である。ダイスは、押出し直前にコンテナに組み込んだが、押出し加工前・後のダイス出側近傍の温度は、170~250℃である。その他の押出し加工条件を表4-5にまとめて示す。

(1) 押出し加工前のSCR材の内部組織

押出し試験片は、A2017のSCR材の他に、A2017の溶湯を金型鋳造した素材（自製）の2種類を用い、この両者の加工特性・製品特性を比較した。それぞれの被加工材の内部組織を図4-65に示す。図から、SCR材では、球状の等軸晶組織であるのに対し、鋳造材では樹枝状の組織となっている。

また、SCR材の内部組織は、図4-51・図4-52に示す結果からもわかるように、加熱温度ならびに温度保持時間に対し敏感であるため、実際の押出し加工条件を設定する際には、これらの点を考慮する必要がある。

(2) 試験結果および考察

図4-66は、SCR材と鋳造材の押出し荷重P-ストロークS線図を比較して示す。図から以下のことがわかる。

- (a) 熱間押出しでは、SCR材と鋳造材の押出し加圧力は基本的に違わない。
- (b) 半溶融押出しでは、SCR材は急速に軟化し、押出し加圧力は大幅に低下する。鋳造材では、樹枝状晶が互いに拘束し合うためと思われるが、軟化の程度がSCR材程ではなく、押出し加圧力はSCR材の場合に比べ高い。
- (c) ただし、温度が高くなり固相率が低下してくると、鋳造材の樹枝状晶の崩壊が一気に進行する傾向が見られ（押出し比100、温度557℃の場合参照）、低固相率の場合の鋳造材の流動挙動についてはより詳細な検討が必要である。

図4-67は、図4-66の結果をもとに、押出し加圧力 p と押出し温度 T との関係を整理した結果を示す。ただし、押出し加圧力 p は、押出しストローク15mmの段階での値である。図から、SCR材・鋳造材の双方とも、半溶融押出しでは押出し加圧力が急激に低下してくることがわかる。

図4-68は、SCR材押出し製品の縦・横断面の内部組織を示す。図から、熱間押出し（450℃）では結晶粒が押出し方向に展伸されていること、半溶融押出しでは固相率の低下とともに結晶粒の展伸度合いが緩和されてくることがわかる。また、半溶融押出し（557℃）では、再結晶組織が一部形成されていること、押出し比が大きい場合には再結晶化が一段と進んでいることがわかる。

図4-69は、鋳造材を押出した場合の内部組織を、図4-68と対応させて示す。熱間押出し（450℃）製品の内部組織をSCR材の場合（図4-68左下）と比較すると、SCR材では結晶粒が細長く筋状に展伸されているのに対し、鋳造材では樹枝状晶の影響を受け結晶粒が分断されているように見える。一方、半溶融押出し（514℃、557℃）では、押出しによって樹枝状晶の崩壊が起こるため、押出し後の製品の内部組織は、SCR材のそれと比較して大きな相違はない。

図4-70は、半溶融押出し製品を、500℃、12時間保持後、水冷（T4熱処理）した際の、SCR材と鋳造材との内部組織を比較して示す。両者は良く似た内部組織となっている。また参考のために、市販のA2017BE-T4の内部組織を図(c)に示す。

図4-71は、SCR材および鋳造材押出し製品（押出し比100）の引張り試験結果を示す。実線は熱処理なしの押出し材、破線はT4処理した押出し材の結果である。図から、ビレット固相率の低下とともに半溶融押出し材の耐力・引張り強さは低下するものの破断ひずみは増大すること、同じく固相率の低下とともにSCR材と鋳造材とのこれら特性値の相違は減少すること、などがわかる。また、熱処理により全体的に伸び率は若干改善されるが、引張り強さの変化は微妙に異

なり、そのメカニズムについては不明である。

図4-72は、T4処理した押出し材の硬さ特性を示す。参考のために市販のA2017BE-T4材の値も示す。熱間押出しでは、SCR材と鋳造材とでは、SCR材の方が鋳造材より多少軟らかい。半溶融押出しでは、SCR材も鋳造材もほぼ同じ硬さになっている。

以上、SCR材と鋳造材の押出し加工の結果をまとめると以下ようになる。

(a)熱間押出しでは、SCR材と鋳造材の押出しに要する加圧力は基本的に変わらない。

(b)半溶融押出しでは、SCR材は急速に軟化し、鋳造材と比較し、相対的に押出し加圧力が低くなる。

(c)押出し後の製品をT4処理することで、内部組織、破断伸びなどの特性値は、SCR材と鋳造材とであまりかわらない。

なお、本研究では、一度完全凝固したSCR材を再加熱し、熱間および半溶融状態で押出し加工を行ったが、SCR材製造後、凝固させることなく連続して押出し加工する場合でも、上述に示した結果が得られると思われる。

4.5 まとめ

半凝固処理金属材料の製造法として新たにせん断冷却ロール法(SCR法)を提案し、概略以下の結果を得た。

(1) SCR材の外性状に関して

(a)粉末箔片状・チップ状・半凝固スラリー状・流体状と多様の外形状製品の製造が可能である。

(b)帯・板形状製品が容易に製造できる。

(c)ガスの巻き込みによる空孔(ポロシティ)が製品内部に残留する場合がある。

(2) SCR材の内部組織に関して

(d)半田・アルミニウム系合金・鉄系合金など、調査した何れの金属においても、均一な等軸晶組織の製品の製造が可能である。

(e)過共晶合金では、晶出物・析出物が均一微細に分散した製品の製造が可能である。

(f)外性状が流体状(低固相率)の製品の内部組織は、数百 μm の多角形状の結晶粒が集合した組織、あるいは、数百 μm の結晶粒と100 μm 以下の大小の結晶粒が混在した組織となる。

(g)外性状が半凝固スラリー状(中固相率)の製品の内部組織は、数百 μm の大小の結晶粒と100 μm 以下の結晶粒が混在した組織、あるいは、50~100 μm 程度の球形の結晶粒が集合した組織となる。

(h)外性状が粉末箔片状(高固相率)の製品の内部組織は、30~50 μm 程度の球形の結晶粒が集合した組織となる。

(3) SCR材の二次加工特性に関して

(i)SCR材と鋳造材の圧縮変形抵抗値は、F処理(As cast)材を室温で圧縮試験した場合、圧縮変形抵抗値はSCR材の方が鋳造材(CQC)より約10%程度大きくなり、T処理材を室温で圧縮試験した場合、逆に、SCR材の方が鋳造材より約10%程度小さくなる。

(j)圧縮試験後(塑性変形後)の試験片側面(自由表面)のあらさ R_{max} に関しては、SCR材の方が鋳造材より数倍以上小さな値となる。

(k)SCR材が固相線を越えて加熱保持された場合、再結晶化が急激に進行する。

(l)SCR材を押出し加工した場合、熱間押出しでは、SCR材と鋳造材の押出しに要する加圧力は変わらない。半溶融押出しでは、SCR材は急速に軟化し、鋳

造材と比較し、相対的に押出し加圧力が10%程度低くなる。

(m) S C R 材の押出し加工後の製品を T 4 処理することで、内部組織、破断伸びなどの特性は鋳造材とほぼ同じになる。

4. 6 結言

本章では、均一微細かつ等軸な結晶組織を有する半凝固処理金属材料を製造する新しい処理法（S C R 法）の提案を行った。S C R 法には、現在研究が進められている機械攪拌法（レオキャスト法）や電磁攪拌法など、半凝固処理法にない様々な特徴のあることが判明し、特にこれまで半凝固処理法の機械攪拌法での代表に挙げられてきたレオキャスト法と比較して、以下に示す特長のあることがわかった。

(a) レオキャスト法では、機械装置の構造上、冷却速度を早くすることには限界がある。したがって、冷却（拔熱）速度に起因する結晶粒の大きさも、 $30\mu\text{m}$ 以下にすることは現在のところ難しい。その点、S C R 法では、冷却（拔熱）速度を格段に早くすることができ、 $10\mu\text{m}$ 程度の微細な結晶組織の処理材の製造が可能となる。結晶粒が $10\mu\text{m}$ 以下でないと半凝固処理材としての特長が生かしきれないなどの報告もあり、こうした見地から、S C R 法は微細な結晶構造材料の製造法として有用である。

(b) S C R 法の装置は比較的簡単な機構であるため、装置の大型化・単純化・ラインへの組み込み化が容易である。また、工具は常に被処理材温度よりも低い温度で使用するために工具寿命が長く、また工具材の選択肢も広がる。

(c) レオキャスト法では、処理材の排出方向に重力以外の力が作用せず、排出は重力落下に頼る機構である。それに対し S C R 法は処理材の排出方向にせん断力が作用するために排出が促進され、したがって生産性が向上し、半凝固処理材の量産化に有利である。

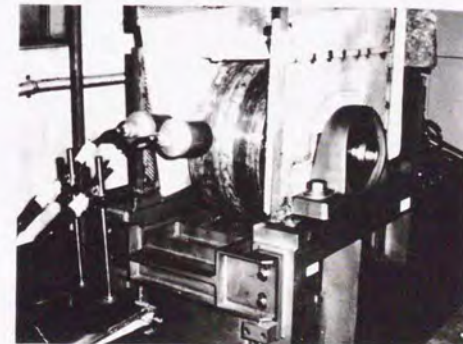
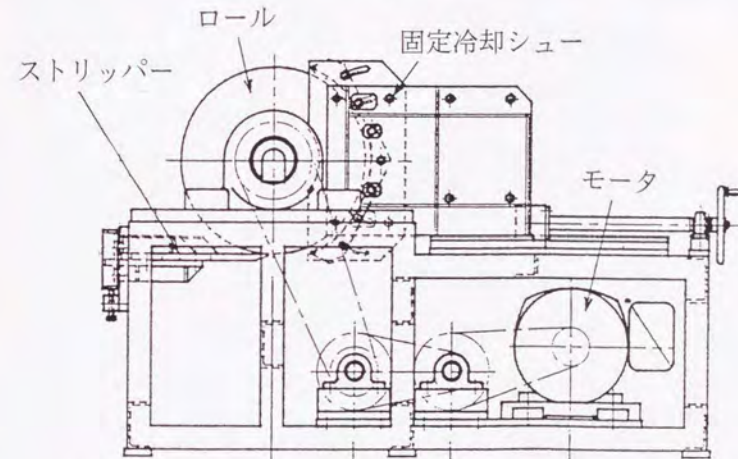
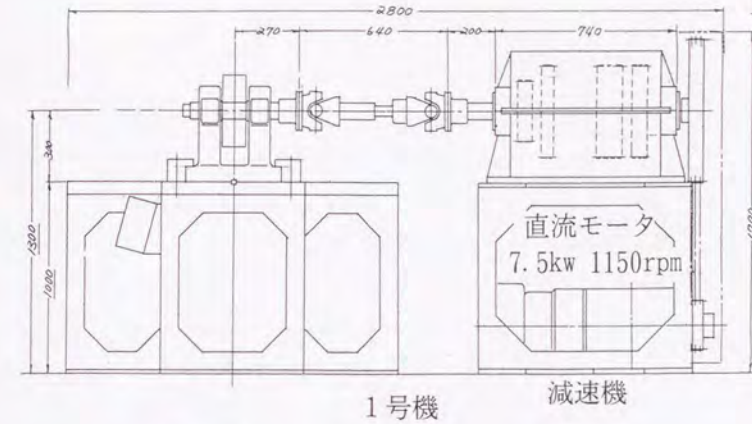
(d) 過共晶合金に対し S C R 法を適用し、微細な晶出物や析出物が均一に分散する一体形（バルク形）の半凝固処理材の製造が可能になったことがわかった。

参考文献

- 1) M. C. Flemings・R. Mehrabian・R. G. Riek: Continuous Process for Forming on Alloy Containing Non-Dendritic Primary Solids, United States Patent, 390 2544(1975-9), 12page.
- 2) K. P. Young・R. G. Riek・J. F. Boylan・B. L. Bye・B. E. Bond・M. C. Flemings: Machine Casting of Copper Base Alloys by Thixocasting, AFS Tran., 128(1976), P169-174.
- 3) M. C. Flemings・R. G. Riek・K. P. Young: Rheocasting, Mater. Sci. and Engng., 25(1976), P103-117.
- 4) P. A. Joly・R. Mehrabian: The Rheology of a Partially Solid Alloy, J. Mater. Sci., 11(1976), P1393-1418.
- 5) J. M. Oblak・W. H. Rand: Solid-Liquid Phase Characterization of Several Rheocast High Performance Alloys, Metallurgical Trans., 7B(1976-12), P699-703.
- 6) J. M. Oblak・W. H. Rand: Structure and Properties of the Rheocast Ferrous Alloy 440C, Metallurgical Trans., 7B(1976-12), P705-709.
- 7) 佐藤 彰: コホキスティンク法(レキスティンク法)による7%ニウム基複合金の製造と特性, 金属, 48-4(1978-4), P22-27.
- 8) V. Laxmanan・M. C. Flemings: Deformation of Semi-Solid Sn-15 Pct Pb Alloy, Metallurgical Trans., 11A(1980-12), P1927-1937.
- 9) 佐藤 彰: コホキスティンク法, 第9回日本鋳物協会シンポジウムテキスト, (1981-1), P35-45.
- 10) 佐藤 彰: コホキスティンク法, 鋳物, 53-12(1981), P698-703.
- 11) M. Suery・M. C. Flemings: Effect of Strain Rate on Deformation Behavior of Semi-Solid Dendritic Alloys, Metallurgical Transactions, 13A(1982-10), P1809-1819.
- 12) C. L'excellent・J. Birocheau・P. Delobelle・A. Wermet・C. Oytana: Study of the Rheological Behavior of the β Phase of an Equiatomic Ag-Mg Alloy, Metallurgical Transactions A, 13A(1982-2), P251-255.
- 13) 市川 洵: レキスティンク法と粘鋳技術, 塑性と加工, 25-286(1984), P961-969.
- 14) 市川 洵・木下好司・島村昭治: 粘鋳法によるAl-Cu2元合金の結晶粒微細化, 日本金属学会誌, 48-6(1984), P626-632.
- 15) 市川 洵・石塚 哲・木下好司: Al-Cu合金の粘鋳法における攪拌条件と結晶粒微細化, 日本金属学会誌, 49-8(1985), P663-669.
- 16) 市川 洵・石塚 哲: 高速回転攪拌凝固によるAl-Pb系合金の製造, 日本金属学会誌,

- 49-12(1985), P1093-1098.
- 17) 市川 洵・中沢克紀・木下好司・石塚 哲: 粘鋳法による結晶粒微細化と高延性材料の製造, 塑性と加工, 27-302(1986-3), P403-408.
- 18) 市川 洵・石塚 哲: 過共晶Al-Si合金の高速回転攪拌凝固における粘性流動とミクロ組織, 日本金属学会誌, 50-4(1986), P416-422.
- 19) 市川 洵・石塚 哲: 高速回転攪拌凝固によるCu-Al-Fe合金のミクロ組織の均質化と機械的性質の改善, 日本金属学会誌, 51-11(1987), P1084-1092.
- 20) 市川 洵・石塚 哲: 高速回転攪拌凝固したAl-Cu, Bi-SnおよびBi-Pb共晶合金のミクロ組織と引張特性, 日本金属学会誌, 52-6(1988), P588-594.
- 21) 市川 洵: レキスティンク技術の現状, 鉄と鋼, 74-1(1988), P51-60.
- 22) 市川 洵・石塚 哲: 高速回転攪拌凝固によるCu-AlおよびCu-Si2元合金のミクロ組織の均質化と機械的性質の改善, 日本金属学会誌, 52-1(1988), P109-115.
- 23) 市川 洵・遠北正和: 高速回転攪拌凝固による炭化物系粒子分散強化銅の製作とその性質, 鉄と鋼, 75-9(1989), P1628-1635.
- 24) 市川 洵: 固める前によく混ぜる(コホキスティンク法), 熱処理, 31-2(1991), P119-124.
- 25) 難波明彦・平居正純: 半凝固金属スライ製造技術の研究動向, 第105回塑性加工懇談会資料, (1991-12), P1-8.
- 26) 木内 学・杉山澄雄: 製造法の特性ならびに製品の外觀性状(せん断冷却 α - β 法による半凝固金属材料の製造・I), 平成3年度塑性加工春季講演会講演論文集, (1991-5), P1-4.
- 27) 木内 学・杉山澄雄: 製品の内部組織・硬さ特性・熱処理特性(せん断冷却 α - β 法による半凝固金属材料の製造・II), 平成3年度塑性加工春季講演会講演論文集, (1991-5), P5-8.
- 28) 木内 学・杉山澄雄: 製造法の特性ならびに製品の外觀性状(せん断冷却 α - β 法による半凝固金属材料の製造・I), 材料とプロセス, 4-2(1992-4), P
- 29) 木内 学・杉山澄雄: 製品の内部組織・硬さ特性・熱処理特性(せん断冷却 α - β 法による半凝固金属材料の製造・2), 材料とプロセス, 4-2(1992-4), P
- 30) E. R. Cau・M. H. Robert: Obtention of Rheocast Structures of M-2 and 308-L Stainless Steel by S. I. M. A., Proc. 2nd Int'l Conf. on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, (1992-6), P1-10.
- 31) J. P. Gabathuler・D. Barras・Y. Krahenbuhl・J. C. Weber: Evaluation of Various Processes for the Production of Billets with Thixotropic Properties, Proc. 2nd Int'l Conf. on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, (1992-6), P33-46.
- 32) M. Kiuchi・S. Sugiyama: A New Process to Manufacture Semi-Solid Metals.

- Proc. 2nd Int'l Conf. on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, (1992-6), P47-56.
- 33) T. Moriya・M. Hirai・A. Nanba: Semi-Solid Metal Making of High Melting Point Alloys by Electromagnetic Stirring, Proc. 2nd Int'l Conf. on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, (1992-6), P67-75.
- 34) S. Wilmotte・P. Naveau: Continuous Casting of Steel at Sub- or Near-Liquidus Temperature, Proc. 2nd Int'l Conf. on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, (1992-6), P86-94.
- 35) 杉山澄雄・木内 学・柳本 潤: SCR法により製造された半凝固金属素材の二次加工特性・1, 第43回塑性加工連合講演会講演論文集, (1993-10), P469-472.
- 36) 杉山澄雄・木内 学・柳本 潤: 鉄系合金の半凝固処理材の製造(せん断冷却ロール法による半凝固処理金属の製造・3), 平成5年度塑性加工春季講演会講演論文集, (1993-5), P269-272.
- 37) 杉山澄雄・木内 学・柳本 潤・田辺明三: SCR法により製造された半凝固金属素材の二次加工特性・2, 第44回塑性加工連合講演会講演論文集, (1993-10), P667-670.
- 38) 杉山澄雄・木内 学・柳本 潤・田辺明三: 高速型SCR機による半凝固処理材の製造(せん断冷却ロール法による半凝固処理金属材料の製造・4), 平成5年度塑性加工春季講演会講演論文集, (1994-5), P443-446.
- 39) Robert D. Carnahan: Thixomolded Magnesium, It's Status and Model Relating Structure and Solid State Properties, Proc. 3rd Int'l Conf. on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, (1994-6), P65-74.
- 40) 杉山澄雄・木内 学・柳本 潤・田辺明三: 過共晶Al-Si合金の半凝固処理材の製造(せん断冷却ロール法による半凝固処理金属材料の製造・5), 第45回塑性加工連合講演会講演論文集, (1994-10), P109-12.
- 41) 富田省吾: スプレッティングプロセスの基礎特性, 第11回半溶融・半凝固加工分科会資料 (1994-10).
- 42) 江見俊彦・柳 正熙: 半溶融・半凝固合金製造技術の問題点と可能性, 第165回塑性加工シンポジウム, (1995-9), P15-22.
- 43) 市川 洵: レキスト法と攪拌合成技術, 第165回塑性加工シンポジウム, (1995-9), P45-55.
- 44) 岡野 忍: 半凝固金属の連続製造法と製品品質について, 第165回塑性加工シンポジウム, (1995-9), P57-65.
- 45) 齊藤 研・武谷健吾・附田之欣・沖本晋一: チタニウム合金成形プロセス開発の現状, 第165回塑性加工シンポジウム, (1995-9), P103-112.



2号機

図4-1 せん断冷却ロール (SCR) 装置の概略図

表 4-1 SCR 装置の比較

	2 号機	1 号機
ロー径 /mm	600	400
ロー幅 /mm	300	100
ロー回転数 /rpm	0~300	3.9~112
ロー軸トルク /kg・m	max. 100	max. 30
耐荷重 /ton	max. 20	max. 2
ロー材質	S45C	S45C
モータ出力 /kw	37	7.5

表 4-2 実験条件一覧表

被処理材質	融点/°C	T/T _L	T _T /T _L	L/mm	R/rpm(m・s ⁻¹)
Pb-19.2%Sn	280	1.04~1.97	0.32~0.85	5~15	60~112(1.3~2.3)
A2017	635	0.91~1.34	0.32~0.80	5~10	60~112(1.3~2.3)
A5056	640	1.00~1.07	0.03~0.63	13	74~324(2.3~10.2)
ADC12	567	1.10~1.29	0.27~0.79	5~10	112(2.3)
		1.05~1.26	0.54~0.70	5	112(2.3)
FC20相当	1183	1.09	0.02~0.54	5	112(2.3)
FC30	1183	1.12	0.04	5	112(2.3)
FC40	1189	1.03~1.09	0.02~0.51	5	112(2.3)
SUS304	1450	1.03~1.06	0.02~0.47	5	112(2.3)
S45C	1495	1.02~1.03	0.02~0.47	5	112(2.3)
Al-20%Si	692	1.02~1.07	0.03	13	324(10.2)
Al-29%Si	805	1.02~1.07	0.03	13	324(10.2)

T: 溶湯温度、T_L: 液相線温度、L: ロールと固定冷却ロールとの間隙長さ
T_T: 工具温度(ロール温度と固定冷却ロール温度との平均値)、R: ロール回転数

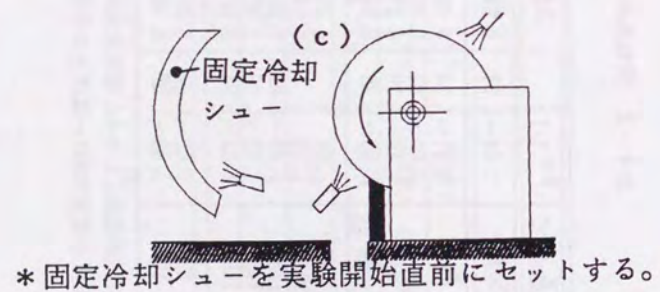
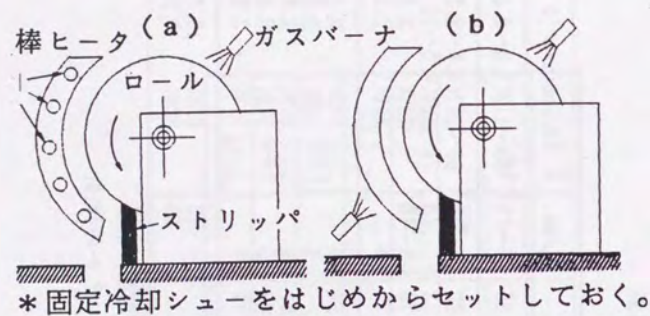


図4-2 ロールならびに固定冷却シューの予熱方法

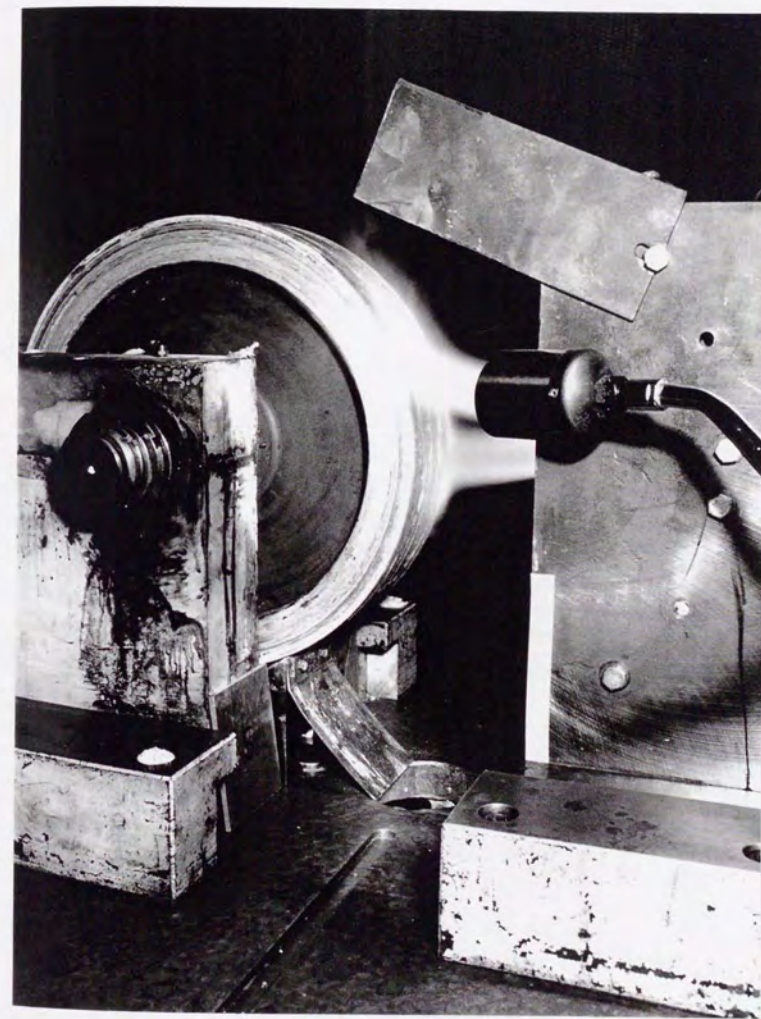


図4-3 ロール・固定冷却シュー・保持ブロックならびにストリッパの配置状況

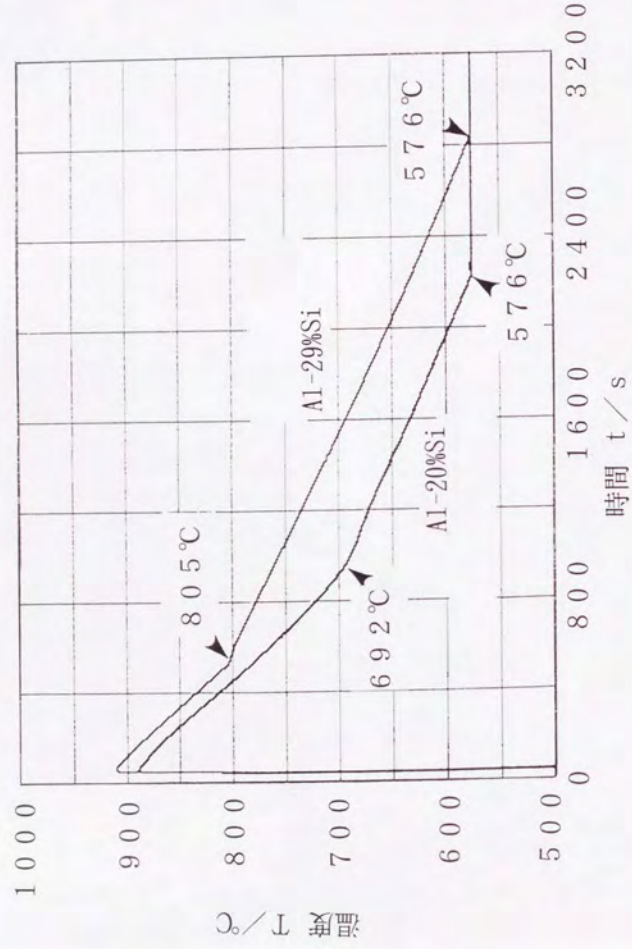


図4-4 Al-Si合金の冷却曲線

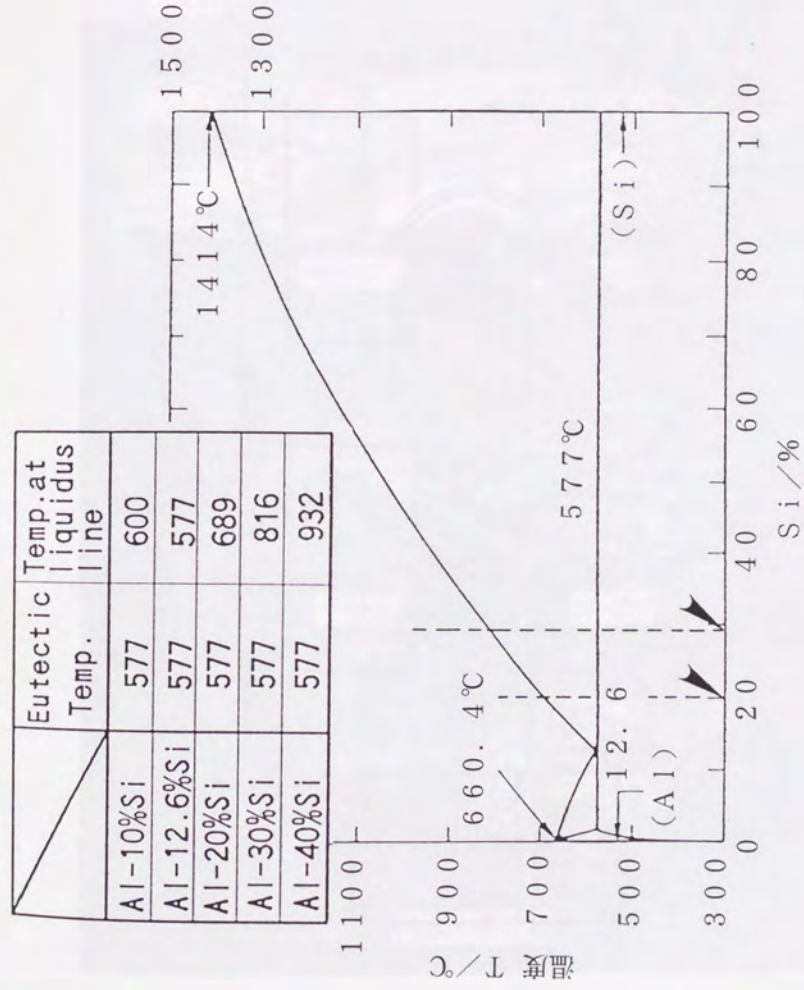


図4-5 Al-Si合金の状態図

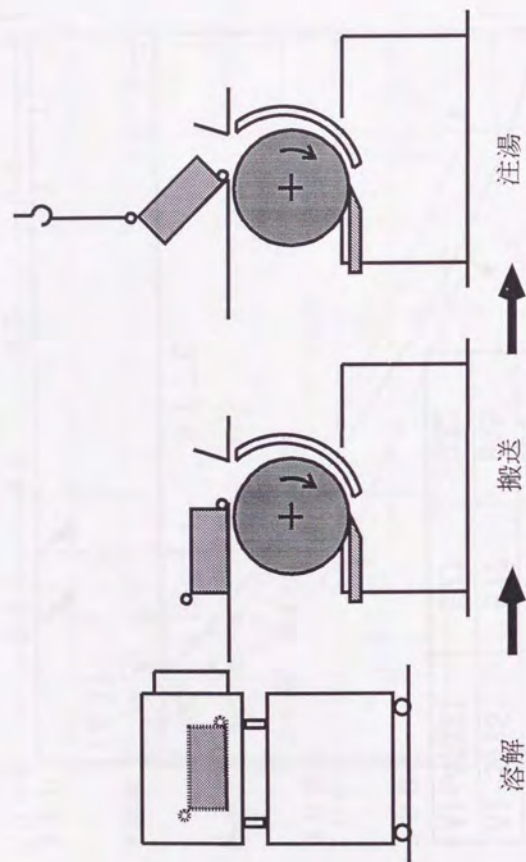


図4-6 2号機による注湯までの様子

Pb-19. 2%Sn



図4-7 S C R材の外面性状 (Pb-19. 2%Sn)

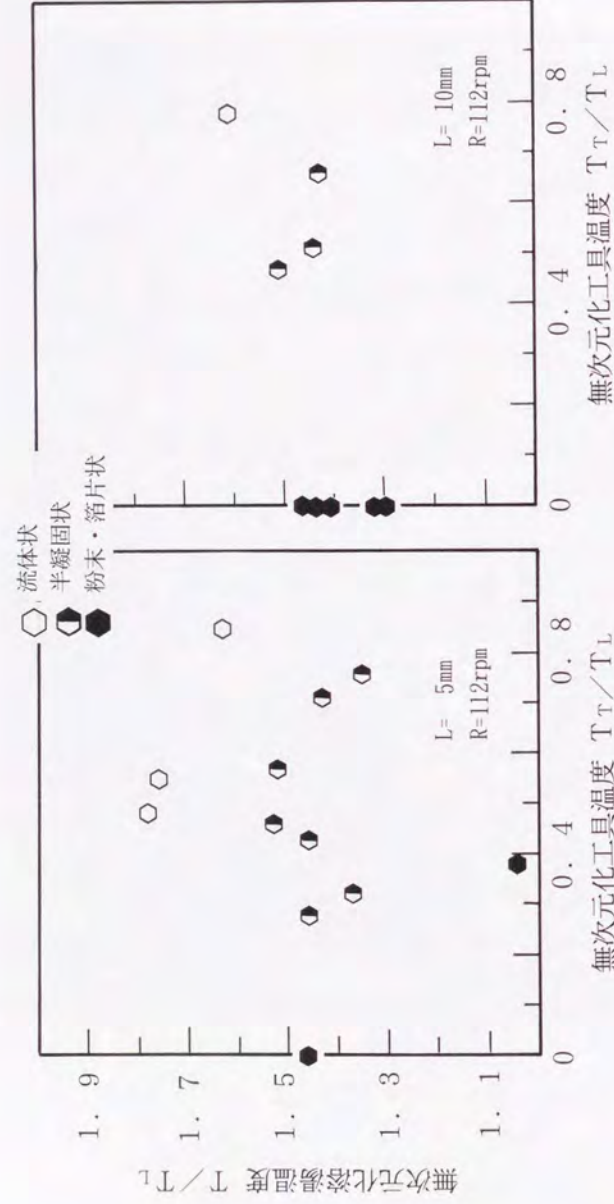


図4-8 製造条件とS C R材の外面性状の関係 (Pb-19, 2%Sn合金)

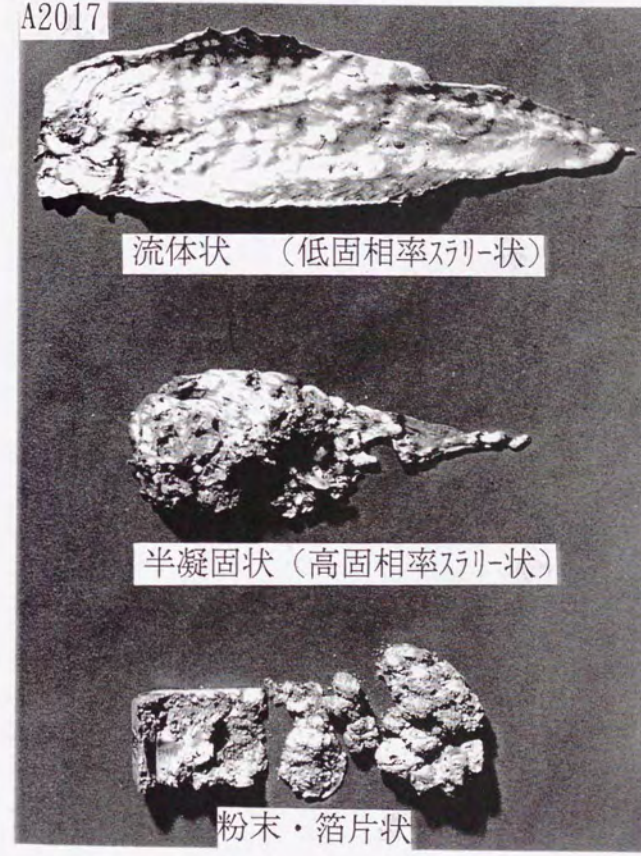


図4-9 S C R材の外面性状 (A2017)