特 集 号

研究論文

DC 鑄造による6061アルミニウム合金ビレットの
ミクロ組織に及ぼすフロート形状の影響

穴田 博*・山下 友一**・梶田 浩二***
中平 昊*・池野 進*・佐治 重興*

Effects of float shape on microstructures in DC cast 6061 alloy billets

Hiroshi ANADA*, Tomokazu YAMASHITA**, Koji KAJITA***

Ko NAKAHARA*, Susumu IKENO* and Shigeoki SAJI*

The microstructure of 6061 DC billets cast using the float were investigated by the cross sections. The very fine crystal grains are located near the center of billets and the very coarse one is segregate near the edge of float. These phenomena are related to the float shape adopted the outside diameter and the slit position. The decrease in diameter of the float increase the this tendency and in the reverse case the change of crystal grain size average as a whole in a billet. As results, the grain refining mechanism in DC casting process using the float is inferred as follow; the equiaxed crystals nucleated on the float wall separate from the wall immediately after crystallized and diffuse. The forced fluid motion flowed into mold through three slits of the float prevent equiaxed crystals from distributing to the outside of the mold, resulting in very fine crystal zone at vicinity of billet center.

Keywords: DC casting billet, float, grain refinement, cast structure, solidifying interface

(Received June 19, 1997)

1. 緒 言

汎用の押出用アルミニウム合金ビレットの溶製には、生産性と品質管理に有利なホットトップ鑄造が主流になりつつあるものの、フロート式DC鑄造は長い歴史の中で各種合金に対応する技術が確立されていることや、近年のビレット需要の多様化に伴い、多品種少量生産向きの半連続鑄造法として今後も重要な地位を占めるものと予想される。著者らは以前にフロートを用いたDC鑄造と鑄塊マクロ組織の関係を調べ、その中で特にフロートの形状が羽毛状晶の発生に密接な関係があることを報告した^{1,2)}。近年、素材に求められる要求はますます厳しくなり、マクロ的な鑄塊組織の均一性、健全性はもちろんのこと、ミクロ的な視野からの組織の検討が必要になってきた。現在、加工用鑄塊においては主にAl-5%Ti-1%B合金を用いて微細化処理を施し等軸晶鑄塊とし、羽毛状晶の発生ならびに鑄塊割れを防止する方策がなされている³⁾。今後は鍛造あるいは半熔融加工等へのビレット需要が拡大し、それにつれ更に鑄塊断面のミクロ的な均一性が要求されるものと推察される。そこで

改めて現場DC鑄造ビレット断面の均質性について調べたところ、DASや鑄塊成分について大きな変化は見られなかったが、結晶粒は鑄塊中心部では非常に微細であるが中間領域で粗大粒が見られ、全体的にはかなり不均一であり、この原因がフロート形状と密接な関係にあることがわかった。本論文ではこれらの結果について報告するとともに、フロートによる結晶粒微細化機構についても言及する。

2. 実験方法

現場のフロート式DC鑄造機を用い、直径204mm、長さ約2,000mmのJIS6061アルミニウム合金ビレットを、鑄造速度90mm/min、溶湯温度700°C、冷却水量7.2m³/hの条件で溶製した。試料の分析結果の一例をTable 1に示す。使用フロートの寸法をFig. 1に示す。溶湯供給スリットは同一円周上で3分割しており、その位置ならびに鑄型の外形は実験の進行に合わせて、標準型(タイプⅡ)のほか、これより小さいもの(タイプⅠ)ならびに大きいもの(タイプⅢ)を用いて比較した。

結晶粒サイズの測定はいずれも鑄塊横断面で行った。

* 富山大学工学部物質生命システム工学科(富山市)。Department of system engineering of materials and life science, Toyama University (Toyama-shi, Toyama).

** 富山合金(株)(新湊市)。Toyama Alloy Co. Ltd. (Shinminato-shi, Toyama).

*** 新東ブレーター(株)(豊川市)。Sinto Brator Co. Ltd. (Toyokawa-shi, Aichi).

Table 1 Chemical compositions of 6061 alloy used this work

	compositions (mass%)								
	Si	Fe	Cu	Ti	Mn	Mg	Cr	Zn	Al
6061 alloy	0.70	0.18	0.21	0.01	0.00	1.00	0.07	0.00	bal.

予備実験においては生産ラインで鋳造されたビレットをスライスし、横断面で中心角30度ごとに12分割し、径方向に10ミリごとに粒度測定した。この結果を踏まえて、その後の実験ではフロートと鋳塊の方位関係に留意しサンプリングした。また凝固界面形状の確認のため、鋳造中にスパウト直上より融解 Sn を微量添加した。

等軸結晶粒ならびにデンドライト二次枝の間隔（以下 DAS と表現）の観察のため、採取試料をエメリーおよび羽布研磨の後、過塩素酸-メチルアルコール（1：9）液による電解研磨およびパーカー氏液による化学腐食を行った。それぞれのサイズの測定はともに交接法による⁴⁾。また試料のマイクロ分析は発光分光分析法により行った。

3. 実験結果および考察

3.1 現場 DC 鋳塊における結晶粒径の変化

フロートを用いた DC 鋳造では鋳塊マクロ組織にフロートの形状が大きな影響を持つことを報告した²⁾。しかし、ミクロ組織との関連については報告例もなく不明である。そこで現場ラインから抽出した DC ビレットの表皮近傍、中間部（半径の1/2部位）、中心それぞれのミクロ組織を調べたところ、Fig. 2 に見るように場所に

Fig. 1 Design of floats; X-X' and Y-Y' lines show the direction of observing microstructures of cross section in DC billets.

よりかなりの差があることが判明した。そこで任意の直径方向についてさらに詳細な粒径の測定を行ったところ、Fig. 3 に見るように鋳塊の中心部で最も小さく、ほぼ中間位置で極大値を示し、表皮近傍でわずかに小さくなることがわかった。また中心部の凹型はフロートの外径寸法によく対応しておりフロートの関与が容易に推察でき

Fig. 2 Comparison of microstructure of cross section of DC billet; (a) the immediate vicinity of the surface (b) halfway between surface and center of billet and (c) center of billet.

Fig. 3 Change in the grain size of equiaxed crystals measured at any given cross section of DC billets cast by using Float II.

Fig. 4 Grain size distribution of equiaxed crystals in cross sections of billets cast by using Float II.

た。

使用フロート（標準型）は外径が140 mmで溶湯はスバウトから流込み、底部スリットから3分割されて鋳型に流入する。また開口部は全周の3/4を占めている。Fig. 3の粒度分布は非対称な形状を示し、これにはスリットの開口部が影響しているものと判断し、測定ライン上に開口部と閉口部が必ずかかるように横断面全域を中心角30度ごとに分割して6方向について再度測定を行った。それらをまとめると、中心から表皮部までの分布の形状は、Fig. 4のAおよびBのパターンに大別できた。前者は中心部の粒径が80 μm 、中間領域で130~160 μm 、

Fig. 5 Change in grain size of equiaxed crystals at X-X' line, viz., unsymmetrical section, of DC billet cast by using Float I.

Fig. 6 Change in grain size of equiaxed crystals at X-X' line of DC billet cast by using Float II.

表皮部が100 μm と大きな変化が見られるもの、後者は中間領域で100~110 μm と比較的変化が小さいものである。これを直径方向に展開するとグラフ形状はA+A型とA+B型とが順序よく現れた。しかしB+B型が見られないことから、Aパターンとするものは測定ラインに開口部がかかる場合のものと推察した。Fig. 3は左側がA、右側がBパターンを示すものである。

3.2 結晶粒度に及ぼすフロート形状の影響

フロートの寸法ならびにスリット開口部が結晶粒度に影響すると推測され、そこで全体の形状が相似形であるタイプI、Ⅲのフロートを新たに作製し、これら3種を

Fig. 7 Change in grain size of equiaxed crystals at X-X' line of DC billet cast by using Float III.

Fig. 8 Change in grain size of equiaxed crystals at Y-Y line, viz., symmetrical section, of DC billet cast by using Float II.

同じ鑄造機に同時に設置してビレットを溶製した。この際、各フロートのスリット開口部とビレットの方位関係には特に留意した。Fig. 5 および Fig. 6 はタイプ I およびタイプ II の非対称断面での測定結果を表す。ここで非対称断面（以下 X-X' 断面と記載）とするのは測定ライン上にスリット開口部と閉口部が共存する場合を指す。それぞれの図の上部にフロートの形状およびスリットの位置を対応させた。双方の分布形状は酷似しており、ともに鑄塊中心部で結晶粒は細かく、フロート外周直下で極大値を示す。また左右形状を比較すると A+B 型の形状を取り、スリット開口部側での変化が大きいこ

Fig. 9 Typical variations of Mg, Si and Cu contents at X-X' line of DC billet cast by using Float II.

Fig. 10 Variation of DAS at X-X' line of DC billet cast by using Float II. Microscopic photographs used for DAS measurements were the same as shown in Fig. 6.

とから、前項の A パターンとしたものは測定ラインに開口部を含むことが裏付けされた。Fig. 7 はタイプ III のフロートによるもので、外径が大きくなると全体的な変化が小さくなることがわかる。また中心部をはずれてスリット下部において最小値を示す点でも前二例とは異なる。

Fig. 8 はタイプ II について測定ライン両サイドに開口部を含む対称断面（以下 Y-Y 断面と記載）の結果を示す。グラフの形状は典型的な A+A 型を示す。特にスリ

Fig. 11 Shapes of solid-liquid interface in longitudinal section at X-X' line of DC billet cast by using (a) Float I, (b) Float II and (c) Float III.

ット開口部内側の領域で平均的に結晶が微細であり、それより外側のフロート底面が傾斜し始める位置に対応して極大値を取ることが明らかになった。

3.3 鋳塊横断面における合金成分ならびに DAS の変化

Fig. 9 は、Fig. 6 の測定と同一のライン上で分析した Mg, Si, Cu の濃度変化を示す。表皮近傍では DC 鋳造特有の逆偏析層が見られるものの、それ以外にはほとんど変化が見られない。Fig. 10 も同じライン上において行った DAS の測定結果を示す。全体的には鋳塊中心部において小さく、外周部に向けて大きくなる傾向が見られる。しかしながらフロート下部においても左右で特別顕著な変化は見られない。DC 鋳造における DAS は必ずしもこのように鋳塊中央部で小さいとは限らず、例えばスラブの鋳造に関する最近の報告に外周部が $20\text{ }\mu\text{m}$ 、中央部 $100\text{ }\mu\text{m}$ とする例もある⁵⁾。Fig. 6 と比較し、結晶粒を構成する DAS の傾向がまったく異なることが注目される。

3.4 凝固界面形状に及ぼすフロートの影響

連続鋳造中の凝固界面の形状は、鋳造条件が同じであれば一定形状を示す。また DC 鋳造ではフロート形状がこれを変える要因となる²⁾。Fig. 11 は、Fig. 5～Fig. 7 を得たと同一のビレットの縦断面における凝固界面の形状を示す。フロート径が小さいと中心部が下方に突出する形状を示し、この突出部はフロート底の平坦部とも、また結晶微細化領域ともよく対応している。フロートの径が大きくなるとスリット開口部下での張出しが顕著となり、左右の対称性が薄れる傾向を持つ。

3.5 フロート式 DC 鋳造における結晶粒微細化機構

3.5.1 鋳型内各部分における凝固条件の変化

フロートの形状が凝固界面の形状に影響を及ぼし、この界面の形状と結晶微細化領域とがよい相関を示すことがわかった。そこで Fig. 6 と同一鋳塊について次の手

Fig. 12 The variations of casting conditions in X-X' direction of solid-liquid interface upon casting by using Float II; (a) cooling rate, (b) solidifying rate and (c) temperature gradient.

順で各部位の凝固条件を求めて微細化領域との関連を調べた。

- (1) Fig. 11 (b) の凝固界面形状から有効凝固速度 R_E を計算⁶⁾

$$R_E = R \cdot \sin \theta \quad (1)$$

R : 鋳造速度, θ : 鋳塊軸方向と凝固界面の各部位における接線のなす角度

- (2) Fig. 10 の DAS より鋳塊各部の冷却速度 C を計算

$$d = A \cdot C^{-n} \quad (2)$$

d : DAS, A, n : 定数

- (3) 冷却速度と有効凝固速度より温度勾配 G を算出

$$G = C/R_E \quad (3)$$

(1) 式は鋳型内各部の凝固進行方向が界面放線方向に進行することに基づく。ここでは前出の凝固界面曲線から θ を実測し解析した。また DAS と冷却速度の関係は経験式であり、これについては鋳造速度を変えた別途実験を行い、軽金属学会鋳造・凝固部会が推奨する方法⁴⁾に基づき $d = 52.5C^{-0.38}$ の関係式を得て、Fig. 10 の DAS から C を逆算した。(3) 式により得られた G はその定義からして、ミクロ的な意味での凝固界面前方の温度勾配を示すものではないが、凝固界面近傍の温度目安としては十分利用できるものと考えられる。

Fig. 12 に得られた結果を示す。鋳型内の凝固速度は 3 か所でピークを示し、冷却速度は中心部にかけ単調増加する。連続鋳造では一般的に鋳造速度が大きくなると結晶粒が小さくなる⁷⁾との報告もあるが、この結果によれば粒度変化 (Fig. 6) は凝固速度や冷却速度の変化とは対応しない。反面、温度勾配の大きい領域と結晶粒微細化領域とが極めてよい一致を示していることがわかる。

3.5.2 フロートによる結晶微細化作用

連続鋳造による展伸用アルミニウム合金鋳塊の結晶粒微細化は一般的に溶湯へ Al-5%Ti-1%B 母合金を添加してなされており、この組成が効果を示す理由を含めて本母合金による微細化機構についてはいろいろ論議されてきた。例えば Backerud^{8)~11)} や Vader¹²⁾ らは母合金中の $TiAl_3$ 粒子が包晶反応により $\alpha-Al$ の核を形成するとし、一方 Mohanty は TiB_2 粒子がサイトとなってこの上に $TiAl_3$ が形成されるとした。そして過剰 Ti は溶湯に対する TiB_2 の濡れ性改善に効くとしている^{13), 14)}。彼の説は最近 TiB_2 粒子を含むアモルファス合金の結晶化過程の電顕観察を行った Schumacher により支持された¹⁵⁾。また微細化効果は溶湯温度が高いほど、また溶湯保持時間が長いほど減少することも知られている^{16), 17)}。

一方、茂木はこれら微細化剤による接種効果のほか、鋳壁で核生成した等軸晶が、振動や攪拌により遊離し溶湯中に運ばれる「結晶遊離作用」もまた微細化の要因であると述べている¹⁸⁾。Chalmers も溶湯の動きに注目し、Al のように溶湯のプールの浅い金属においては鋳型への溶湯の入り方が組織に重要な影響を持ち、溶湯の流れが凝固界面を洗えば細粒が生じる可能性があるとして述べている¹⁹⁾。本実験による一連の結果は茂木の説を支持するもので、フロートには鋳型壁と同様に等軸晶核の生成サイトとしての働きがあると考えられる。これにスリットによる鋳型内溶湯の流れを加味し、特異な結晶粒度分布の形成の機構を次のように考えた。

微細化剤がもたらす不均一核サイトは溶湯中には平均に存在するが、鋳型壁ならびにフロート底部では過冷に

よる優先的核生成サイトとなる。またフロートでは湯量調整に伴う微振動があり恒常的に結晶の遊離が生じるであろう。一方鋳型内においては、Fig. 12(c) の G の変化から見てスリット位置を境界に二方向の溶湯の動きが推察される。一つはスリットから出てフロートの下方に回り込みフロート底部で対流するもの、他の一つは鋳型壁方向に拡散する流れである。前者の流れはフロート底部での結晶遊離を増長しつつ対流し、これにより遊離結晶を溶湯中に均一分散し、そのままスリットの外側に運ばれることなく凝固するために、フロート底部で凹型の結晶粒微細領域が形成される。非対称断面で A+B タイプの分布形状をとるのは、スリットの閉口部の下方ではこの流れによる遮蔽効果が弱いと一部溶湯の流出が起これるためと推察される。フロート径が小さくなり、流速が大きくなるにつれてより明瞭に凹型分布形状をとることからもこの機構が妥当なものと考えられる。

一方、スリットの外部領域については、鋳壁近傍での微細化は鋳壁からの遊離結晶の作用と考えられる。局所的な粗大化領域がスリットの外側からフロート外周部にかけて見られるのは、この方向に流れる溶湯中には遊離結晶が少ないことと、 G の変化もまた極大値をとることからして、高温溶湯が常時流れ込むこの領域においては、極微細な TiB_2 粒子あるいは $TiAl_3$ 粒子が対流²⁰⁾で外周に運ばれたり、あるいは微細粒子の再溶解による数の減少も考えられる。一方、凝固界面に対する溶湯流の直接的な影響もあるかもしれない。例えば Chalmers は先に述べたように微細化効果があるとしているのに対し、最近小島²¹⁾らは強制攪拌を伴う電磁鋳造では、凝固界面に生成したデンドライトの破砕によって浮遊晶が生じると報告しており、これらに関しては鋳型内溶湯の流れの検討によって今後明らかになるであろう。

以上のように DC 鋳造におけるフロートには、結晶粒の微細化作用が認められた。今後、スリット位置、フロート外径を考慮したフロートの設計と鋳型内溶湯の流れの詳細な研究が進めば、これを利用して自在な結晶粒度分布の鋳塊が溶製できる可能性がある。

4. 結 言

フロート式 DC 鋳造において、フロート形状が鋳塊径方向の結晶粒径分布に大きな影響を持つことがわかり、結果は次のように要約できる。

(1) 鋳塊横断面における結晶粒度分布はフロートの外径、ならびにスリット位置により大きく影響される。スリットの内側領域で微細等軸晶領域が、またフロート外周位置に対応し、結晶粒の粗大化領域が存在する。全体的な粒度変化はフロート径が小さいほど顕著である。

(2) フロートの形状ならびにスリット開口部の有無に

より、縦断面における凝固界面形状は支配され、フロート径が小さいほど先端部は凹型に突出する。

(3) 鋳塊横断面における DAS の変化ならびに部分凝固速度の変化は結晶粒径の変化とは対応しない。

(4) 鋳塊中心部における微細等軸晶領域の形成は、フロート底部における結晶核の生成ならびにスリット形状に支配される鋳型内容湯の対流が原因と考えられる。

参 考 文 献

- 1) 室町繁雄, 瀬川吉夫, 穴田 博: 軽金属, **26** (1976), 183.
- 2) 室町繁雄, 穴田 博, 多々静夫, 時澤 貢: 軽金属, **30** (1980), 537.
- 3) F. R. Mollard, W. G. Lidman and J. C. Bailey: *Light Metal*, (1987), 749.
- 4) 軽金属学会研究委員会鋳造・凝固部会編: 研究部会報告書 No. 20「アルミニウムのデンドライトアームスペーシングと冷却速度の測定法」, (1988).
- 5) Yves Caron, Denis Bernard and Cuy LeBlanc: *Light Metal*, (1994), 991.
- 6) D. アルテンポール, D. ウエルツ (村上陽太郎訳): 軽金属, **19** (1969), 451.
- 7) V. I. Dobatkus: *Metallurgy*, **14** (1948), 101.
- 8) L. Arnberg, L. Backerud and H. Klang: *Metal. Technol.*, **2** (1982), 465.
- 9) L. Backerud and Shao Yidog: *Aluminum*, **67** (1991), 780.
- 10) L. Backerud, P. Gustafson and M. Johnsson: *Aluminum*, **67** (1991), 910.
- 11) M. Johnsson, L. Backerud and J. K. Sigworth: *Metall. Trans. A*, **24A** (1993), 481.
- 12) M. Vader and J. Noodrlegaaf: *Light Metals*, (1989), 937.
- 13) P. S. Mohanty, F. H. Samuel, J. E. Gruzleski and T. J. Kosto: *Light Metals*, (1994), 1039.
- 14) P. S. Mohanty and J. E. Gruzleski: *Acta Metall*, **43** (1995), 2001.
- 15) P. Schumacher and A. L. Greer: *Material Science and Eng. A181/A182* (1994), 1335.
- 16) P. S. Mohanty, R. L. Guthrie and J. E. Gruzleski: *Light Metals*, (1995), 859.
- 17) R. F. Caver, G. W. Boone and F. P. Koch: *Light Metal*, (1990), 845.
- 18) Tetsuichi Motegi: 軽金属, **45** (1995), 339.
- 19) Chalmers (岡本 平, 鈴木 章共訳): 「金属の凝固」, 丸善(株), (1977).
- 20) S. M. Ahmady, D. C. McCatney and S. R. Thistlethwaite: *Light Metal*, (1990), 837.
- 21) 元矢伸二, 叶谷泰彦, 鎌土重晴, 小島 陽, 松尾 守: 軽金属学会第89回秋期大会講演概要, (1995), 9.