Al-Mg 合金 DC スラブのポロシティ形成に 及ぼす Mg 量の影響

長海 博文*・土屋 清美*

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 52, No. 7 (2002), pp. 293-297

Effects of Mg contents on porosity formation in Al-Mg alloy DC slabs

Hiromi NAGAUMI* and Kiyomi TSUCHIYA*

The effect of Mg content on porosity in Al-Mg alloy DC slabs was investigated. In this investigation, we performed an experimental study of the amount of porosity on laboratory scale (250 mm by 400 mm cross-section) DC slabs of Al-2, 3, 4, 5 and 6 mass% Mg. We clarified the relationship between porosity formation and Mg contents of the DC slab quantitatively by measuring porosity size, fractions, and number of porosity from the surface to the center of slab. The following conclusions were obtained. (1) As the Mg contents increase the initial hydrogen contents increase, and the hydrogen contents can be expressed in a quadratic of Mg contents (mass%) with good accuracy. (2) When the Mg content is less than 2 mass%, the porosity were very small and distributed uniformly from the surface to the center of the slab. (3) When the Mg content exceeds 3 mass%, the pore sizes and the fractions increase from the surface to the center of the slab. As the Mg content increases the porosity content and number increase.

(Received May 21, 2001)

Keywords: Al-Mg alloys, DC casting, Mg content, porosity content, porosity size

1. 緒 言

アルミニウム合金の DC 鋳塊内部欠陥であるポロシティは、鋳塊品質に大きな影響を及ぼす。鋳塊中のポロシティが熱間加工性を低下させることは周知のことである。比較的加工率の小さい厚板や鍛造材においても、ポロシティが多量に存在すると材料の機械的性質が低下することがあり、鋳塊中のポロシティは少ないことが望ましい。

Al-Mg 系合金は、MD 材、ホイール材、缶材、厚板などに使用されているが、ポロシティに起因する表面欠陥や切削時の点状欠陥およびふくれなどの問題がある。高品質の鋳塊を製造するには、鋳塊中のポロシティの生成量および分布を制御することがアルミニウムの DC 鋳造プロセスにおいて非常に重要である。

鋳塊内部のポロシティ欠陥に関する研究は多数報告されている^{1)~9)}。これらの研究は主に鋳物を対象とし、DC 連続鋳造に関する研究例は著者らによるもの^{10)~11)}以外はほとんど見られない。一方、Al-Mg 合金鋳塊内部ポロシティに関する研究では Mg 添加量を一定にしたときの特定の合金に限られている¹⁰⁾。Mg 添加量のポロシティ生成に及ぼす影響に関する研究は DC 鋳造も含めて見受けられない。

そこで本研究では、Al-Mg 合金の DC スラブを対象とし、Mg 添加量のスラブ内部のポロシティ分布、サイズ、生成量などに及ぼす影響について実験的に調査を行い、ポロシティ

の面積率および生成量を定量的に測定することによって、DC スラブ内部のポロシティ生成状況と Mg 添加量の関係を明らかにした。

2. 実験方法

本研究では純度99.9%（以下、%はmass%）のアルミニウム、99.9%のマグネシウム地金を用い、5種類の組成の Al-Mg 合金を溶製し、実験用小型 DC 鋳造機を用いて鋳造した。ただし、鋳造前に溶湯の脱ガスを行わなかった。スラブの寸法は長さ1000 mm、幅400 mm、厚さ250 mmである。各合金の化学組成を Table 1 に示す。鋳造条件としては有効モールド長 $H=55$ mm、冷却水量 $Q=170$ l/min、鋳込み温度 $T=1003$ K、鋳造速度58 mm/min である。

凝固後の結晶粒組織およびポロシティの観察は、鋳込み先端から約400 mm の位置において切出したサンプルの横断面

Table 1 Chemical compositions of Al-Mg alloys (mass%)

Sample	Si	Fe	Cu	Mn	Mg
Al-2%Mg	0.023	0.022	0.001	0.002	1.98
Al-3%Mg	0.021	0.020	0.001	0.002	3.01
Al-4%Mg	0.022	0.021	<0.001	0.001	4.01
Al-5%Mg	0.020	0.019	0.001	<0.001	4.98
Al-6%Mg	0.020	0.020	0.001	<0.001	6.06

* 日本軽金属(株)グループ技術センター構造解析グループ (〒421-3291 静岡県庵原郡蒲原町蒲原 1-34-1)。Nippon Light Metal Company Ltd. Nikkei Research & Development Center (1-34-1 Kambara, Kambara-cho, Ihara-gun, Shizuoka 421-3291). E-mail: hiromi-nagaumi@nik-keikin.co.jp

について行った。マクロ結晶粒組織は縦断面を機械研削後、タッカー氏液でのエッチングにより観察した。定量的にポロシティを調べるため、得られた試料を研磨し、画像解析装置(LUZEX)を用いてスラブの表層から中心(120 mm)までのポロシティの数、サイズ、面積率、最大長さなどを測定した。ただし、ポロシティの測定対象はマイクロ組織で観察される円相当径として $\phi 6 \mu\text{m}$ 以上のものとした。ポロシティの面積率は1個の測定サンプルについて測定した $n=20$ の値による平均値とした。二次デンドライトアーム(以下、DASとする)の測定については、2次枝法を用いて100倍に拡大して撮影した写真より測定した。ガス含有量はランズレー法によって測定した。

ポロシティ生成量は、スラブ表層から中心までの密度測定を行い、標準試料の密度と比較することにより算出された。密度の測定にはアルキメデス法を用いた。

3. 結果および考察

3.1 Mg 添加量の DAS に与える影響

Fig. 1 に Mg 添加量を 2 % から 6 % まで変化させたときのスラブ表層から中心までの DAS の測定結果を示す。Mg 添加量の変化にもかかわらず、DAS は表層から 20 mm まで減少し、20 mm 位置前後で最小となる。その後、100 mm まで増加し、100 mm から中心までは再び減少する。DAS の最大値は各 Mg 添加量とも表層から 100 mm 前後の位置である。しかし Mg 添加量の DAS に与える影響は見られない。これは DAS に与える影響が合金の組成よりも铸造時の冷却速度の方が支配的であるためと推測される。

3.2 Mg 添加量の初期水素濃度に与える影響

Fig. 2 に Mg 添加量を 1 % から 6 % まで変化させたときに、ランズレー法によって測定した合金内の全ガス量および水素ガス量を示す。Mg 添加量の変化にもかかわらず各合金内の水素ガス量は全吸収ガス量のほぼ 95 % 以上が水素ガスである。したがって、Al-Mg 合金内に含まれるガスの大部分は水素ガスであり他のガスは無視できる。また、Mg 添加量の増加に伴い合金内のガス量と水素ガス量も増加する。特に 3 % 以上になるとガス量が急激に上昇する傾向が見られる。合金内に吸収される水素ガス量が多いほどポロシティ生成量も多くなる¹²⁾ため、Mg 添加量が増加するに従ってスラブ内

のポロシティ生成量は増加するものと予測される。換言すれば、同じ脱ガス条件では Mg 添加量の少ない合金にはスラブ内部に生成するポロシティ量が少ないと予測される。

実験で測定した値を基に回帰分析を行った結果、水素ガスの初期濃度 ($\text{cm}^3/100 \text{ g}$) は Mg 添加量 (mass %) の関数として式(1)のような 2 次式で表せる。式(1)の回帰結果は高い相関係数 $R=0.979$ が得られた。ただし、この式の適用範囲は Mg 添加量 1 % から 6 % の範囲内とする。

$$H = 0.0157X_c^2 - 0.0514X_c + 0.32 \quad (1)$$

ここで、 H は初期水素ガス濃度 ($\text{cm}^3/100 \text{ g}$)、 X_c は Mg 添加量 (mass %) である。

Fig. 3 に Mg 添加量を 2, 4, 6 % と変化させたときのスラブの表層から中心までの水素ガス量の分布状況を示す。Fig. 3 に示すようにスラブ表層から中心までの水素ガス量がほぼ均一に分布している。また、前述したように Mg 添加量の増加に伴い、スラブ表層から中心までのガス量も増加する。

3.3 ポロシティの生成状況

Fig. 4 に Mg 添加量を 2 % から 6 % まで変化させたときのスラブ表層部 (10~20 mm)、中間部 (60~70 mm) および中心部 (100~120 mm) で観察されたポロシティの写真を示す。Mg 添加量が少ない (2 %) 場合、スラブ内のポロシティは微細であり、スラブの表層から中心まで均一に分布している。ポロシティの形状は球状に近い形を有している。これは Mg 添加量が少ない場合には、凝固温度範囲が狭くなると

Fig. 2 Effect of Mg contents on gas content of Al-Mg alloys.

Fig. 1 Effect of Mg contents on DAS in Al-Mg alloy DC slab.

Fig. 3 Distribution of hydrogen content in the slab.

Fig. 4 Typical micrographs of the porosity at three locations for each of the five levels cast.

ともに、溶湯の表面張力が大きくなり¹³⁾、ポロシティの成長が難しくなるためにスラブ内のポロシティは微細で、かつ均一に分布していると考えられる。

Mg 添加量が 3 % 以上の場合、スラブの表層部、中間部、中心部の順にポロシティの数およびサイズは増加していく。表層部においては、Mg 添加量の増加に伴いポロシティの数およびサイズも増加する傾向が見られる。形状については球状に近い細かいポロシティが多数観察された。

中間部においては、Mg 添加量の増加に従ってポロシティ数およびサイズも増加する。形状については表層部よりサイズの大きい細長いポロシティが多数存在し、Mg 添加量が多いほど形が不規則となる。中心部においてはポロシティが粗大になり、しかも、典型的なシュリンケージポロシティの形状を有している。以上の観察によると、Mg 添加量が増加するに伴い、スラブ内のポロシティ数は増加し、サイズも大きくなる。これは Mg 添加量が 3 % 以上になると、合金の凝固温度範囲が広くなり、サンプ深さが大きくなるために、スラ

ブ中心部の凝固時間が長くなるためである。また、スラブ中心部では凝固進行速度が急に速くなるため¹⁰⁾、デンドライトアーム同士が衝突することによって溶湯の補給が難しくなることもその一因であると考えられる。

Fig. 5 および Fig. 6 は Fig. 4 に示したポロシティを画像解析装置 LUZEX を用いて、各 Al-Mg 合金スラブ表層から中心まで測定したときの最大長さと平均長さの分布を示す。Fig. 5 に示すように Al-2%Mg 合金を除けば、スラブの表層から 40 mm までポロシティの最大長さは各合金とも 40 μm 以下になっている。40 mm からスラブの中心にかけてポロシティの最大長さが増加していく傾向が見られる。Mg 添加量の多い合金にはこのような増加傾向が著しい。一例として、Al-6%Mg 合金ではスラブ中心のポロシティの最大長さは 200 μm にも達しているのに対して、Al-2%Mg 合金ではポロシティの最大長さはわずか 24 μm である。この現象は Fig. 6 に示すように、スラブ内部全体のポロシティの平均長さも同様な傾向を示している。これは、Mg 添加量の増加に伴

Fig. 5 Distribution of maximum length of porosity in Al-Mg alloy DC slab.

Fig. 6 Distribution of average length of porosity in Al-Mg alloy DC slab.

Fig. 7 Effect of Mg contents on porosity contents in Al-Mg alloy DC slab.

い、合金の凝固温度範囲が広くなり、鋳造時スラブ内のサンプルが深くなり、かつ合金の熱伝導率が減少する¹²⁾ために、スラブ中心付近のポロシティの成長時間が長くなるためであると考えられる。一方、Al-2%Mg合金においては、Fig. 5に示すようにスラブの表層から中心までポロシティのサイズがほとんど変化しない。これはAl-2%Mg合金の凝固温度範囲が非常に狭いので、鋳造時のサンプル深さが非常に浅い。したがって、スラブの表層から中心までの凝固時間の差がほとんどないために、ポロシティのサイズもそれほどの変化がないだろうと推測される。

3.4 Mg添加量のポロシティ量に与える影響

Fig. 7にMg添加量を2%から6%まで変化させたとき、密度の測定によって得られたスラブ表層から中心までのポロシティ生成量の分布を示す。ここでのポロシティ生成量とは、測定した合金の密度と標準試料の密度を比較することによって算出したものである。ただし、ここでの標準試料の密度とは、「アルミニウムの組織と性質」¹⁴⁾から実用Al-Mg合金の密度を基に回帰分析によって求めた値である。

Fig. 7に示すようにスラブ内のポロシティ量はMg添加量2%を除けば、スラブの表層からいったん減少し、表層から15 mm位置で最小となる。その後、100 mmまで増加し、100 mm位置で最大となり、100 mmから中心までは再び減少となる。スラブの表層15 mmから40 mmの間にはMg添加量の変化にもかかわらずポロシティ生成量はほぼ一定となる。40 mmから中心まではMg添加量の増加に伴って、ポロシティ生成量は増加していく。これは、Mg添加量が増加するとFig. 2に示すように合金内の水素ガス量が増加するので、スラブ内に生成するポロシティ量も増加するためである。また、Mg添加量が増加すると溶湯の表面張力が減少する¹³⁾ので、ポロシティ生成量の計算式(2)¹⁰⁾に示すように表面張力による圧力が減少するためにポロシティの生成量が多くなることも一因であると考えられる。

$$V_p(\%) = \frac{\phi R T p_s}{M P^*} \quad (2)$$

ここで、 $V_p(\%)$ ：ポロシティ生成量

M ：水素ガスのモル体積 (m^3/mol)

ϕ ：水素ガス過飽和量 (m^3/kg)

R ：気体定数, $8.31451 \text{ J}/(\text{mol} \cdot \text{K})$

T ：温度 (K)

Fig. 8 Distribution of area of porosity in the slab of Al-Mg alloys.

ρ_s ：凝固最終段階における合金の密度 (kg/m^3)

P^* ：局部相当圧力, $P^* = \Delta P + \frac{2\sigma}{R_p}$ (N/m^2)

ΔP ：凝固収縮による圧力 (N/m^2)

$2\sigma/R_p$ ：表面張力による圧力 (N/m^2)

σ ：溶湯の表面張力 (N/m)

R_p ：ポロシティの曲率半径 (m)

また、水素ガス量が一定であれば、DCスラブ内のポロシティの生成量はDASとほぼ直線関係であることは著者らの研究¹¹⁾ですでに実証されている。しかし、Fig. 1のDASの分布とFig. 7のポロシティ生成量の分布を比較してみると、Mg添加量が2%の場合では、スラブ内のDASの分布と対応していない。すなわち、DASの大きいところではポロシティ量は大きくなっていない。これは、前述したようにMg添加量が少ないとき、合金の凝固温度範囲が非常に狭いので(2%Mgの場合、凝固温度範囲は 25°C)、かつ、スラブのサイズが小さいためと考えられる。一方、Mg添加量が3%以上の場合では、スラブ内のポロシティの分布とDASの分布が対応しているが、Mg添加量による影響から見ると、ポロシティ生成量に与える影響が大きい、DASにはほとんど影響を与えない。これは、ポロシティ生成量は水素ガス量に支配されているため、水素ガス量が多い場合はポロシティの生成量も大きくなるわけである。したがって、Fig. 2に示すようにMg添加量の多い合金は合金内部の水素ガス量が非常に多いので、ポロシティの生成量は組織に支配されているよりも水素ガスによる影響が大きい。換言すれば、高Mg添加量合金内部のポロシティを抑制するためには、強力な脱ガスが必要であると考えられる。

一方、Mg添加量2%についてはスラブの表層から中心までのポロシティ生成量の変化は見られない。これは、Mg添加量が2%以下になると、Fig. 2に示すように合金内部の水素ガス量が非常に少ないことと、合金の凝固温度範囲は非常に狭くなるためである。

Fig. 8に画像解析装置LUZEXを用いて、各Al-Mg合金スラブの表層から中心まで測定したポロシティの面積率を示す。ポロシティの面積率は各合金ともにスラブの表層から中心まで増加する傾向が見られる。また、Mg添加量の増加に伴い、ポロシティの面積率も増加する。

Fig. 9 Distribution of pore number density in the slab of Al-Mg alloys.

Fig. 9 は Mg 添加量を 2 % から 6 % まで変化させたときに測定したスラブ内部単位面積当たりのポロシティ数を示したものである。表層から 40 mm までは Mg 添加量の増加に伴い、ポロシティ数が減少する。40 mm から 80 mm の間にはその逆の現象が見られる。中心付近 (100 ~ 125 mm) では Mg 添加量との相関関係は見られない。これは、合金内のポロシティは 3 次元的な形状となっているため、正確にポロシティの数量を測定するには、3 次元測定装置が必要である。しかし、本研究で用いる装置はサンプルの断面内のポロシティを 2 次元的な形状しか測定できないので、切る断面によって測定結果が変わるためにこのような結果となってしまう。今後、正確にポロシティの数量を評価するためには、3 次元的にポロシティの測定あるいは予測方法の開発が必要であると考えられる。

4. 結 言

本研究では、Al-Mg 合金スラブの内部欠陥であるポロシティを測定し、スラブ内のポロシティ生成に及ぼす Mg 添加量の影響を実験的に検討することによって、Mg 添加量のポロシティ生成に与える影響を明らかにした。得られた結果を以下に示す。

(1) Mg 添加量が増加するに伴って合金内に吸収できるガス量は増加する。水素ガス量は Mg 添加量 (mass%) の二

次式で精度よく表現できる。

(2) Mg 添加量が少ない場合 (2%), スラブ内のポロシティは微細であり、表層から中心まで均一に分布している。ポロシティの形状は球状に近い形を有している。

(3) Mg 添加量が 3 % 以上になると、ポロシティの数およびサイズとも、スラブの表層から中心に向かって増加する。また、Mg 添加量が増加するに伴いポロシティの数およびサイズも増大する傾向が見られる。ポロシティの形状については、表層部では細かいポロシティが主流であり、中間部では表層部よりサイズが大きい細長いポロシティが多数存在し、一部分は不規則な形状を有している。中心部においてはポロシティが粗大化し、しかも、典型的なシュリンケージポロシティの形状を有している。

(4) Mg 添加量が 3 % 以上の場合、ポロシティ生成量はスラブの表層からいったん減少し、表層から 15 mm 位置で最小となる。その後、100 mm まで増加し、100 mm 位置で最大となり、100 mm から中心までは再び減少する。スラブの表層 15 mm から 40 mm の間では Mg 添加量が増加してもポロシティの生成量はほぼ一定である。40 mm から中心までは Mg 添加量の増加に伴って、ポロシティ生成量は増加する。

参 考 文 献

- 1) D. R. Irani and V. Kondic: Trans. AFS, **77** (1969), 208.
- 2) E. Niyama, T. Uchida, M. Morikawa and S. Sato: 鋳物, **54** (1982), 507.
- 3) D. R. Poirier, K. Yeum and A. L. Maples: Metall. Trans., **18A** (1987), 1979.
- 4) 朱 金東, 大中逸雄: 鋳物, **59** (1987), 542.
- 5) Y. W. Lee, E. Chang and C. F. Chieu: Metall. Trans., **21B** (1990), 715.
- 6) Q. T. Fang, P. N. Anyalebechi and D. A. Granger: Light Metals., (1988), 477.
- 7) R. Fuoco, E. R. Correa and A. V. O. Correa: AFS Trans., 95-131 (1995), 379.
- 8) K. Kubo and R. D. Pehlke: Metall. Trans., **16B** (1985), 359.
- 9) S. T. Kao, E. Chang and Y. W. Lee: MST, **11** (1995), 933.
- 10) 長海博文, 小松 健, 植松 勝, 萩沢亘保, 西川泰久: 軽金属, **48** (1998), 269.
- 11) 長海博文: 軽金属, **49** (1999), 471.
- 12) 長海博文: 軽金属, **49** (2000), 49.
- 13) Jacques, E. Schoutens: J. Mater. Sci., **24** (1989), 2681.
- 14) アルミニウムの組織と性質, 軽金属学会, (1991).