往復動電磁攪拌を用いた角形断面7150アルミニウム合金の組織微細化

村上 雄一朗^{1*}・李 明軍¹・松井 功¹・尾村 直紀¹

Journal of The Japan Institute of Light Metals, Vol. 69, No. 1 (2019), 30–35
© 2019 The Japan Institute of Light Metals

Microstructure refinement of 7150 aluminum alloy ingot with rectangular section by applying forward-reverse electromagnetic stirring

Yuichiro MURAKAMI^{1*}, Mingjun LI¹, Isao MATSUI¹ and Naoki OMURA¹

In this study, electromagnetic stirring (EMS) was applied to the 7150 aluminum alloy during the solidification process to refine the microstructure of rectangular sectional sample. EMS was applied as clockwise and counter-clockwise alternatively with reverse imposition time T . Then the effects of T and the cross-sectional dimension of the sample, that is the aspect ratio AR and corner radius R were evaluated. The average grain size at the center part was smallest at $T=1$ s and increased with increasing T . The grain size at the corner had the same tendency at the round type mold, the corner radius of which is half of the mold thickness. But it was smallest at $T=2$ s at non-round type mold. In the rectangular sectional sample with small R , the flow was not reached enough to the corner at $T=1$ s. But in $T=2$ s, the flow was reached to the corner because the flow became disturbed. In the round type mold, the flow was also reached to the corner even in $T=1$ s. This is considered to be a reason for the difference in tendency of grain size at the corner. Moreover, even in $AR=5$, the microstructure could be refined by applying EMS.

(Received July 25, 2018 Accepted November 22, 2018)

Keywords: aluminum alloy; microstructure; grain refinement; electromagnetic stirring; solidification

1. 緒 言

金属の組織微細化は強度の向上や塑性変形能の改善のために非常に重要である。また、連続鋳造工程においては、組織を微細化することによって工程中における割れを防ぐことが可能になる。さらに連続鋳造によって製造したビレットやスラブは、その後圧延や押出など塑性加工工程へ送られることから、微細な組織を有することが望まれる。

連続鋳造において結晶粒微細化を行う方法としては、Ti系の微細化剤を添加し、これを結晶核として微細化を起こす方法が広く用いられている^{1)~3)}。しかし、このような微細化剤の添加はリサイクル性の低下につながる可能性がある。

微細化剤を用いない手法として、合金の凝固過程に対し流動を加えることによって微細化が起こることが知られている。この現象を用いた方法として、電磁振動^{4), 5)}や超音波振動^{6), 7)}、機械的な攪拌を加える方法^{8), 9)}などにより微細化を行う方法が提案されている。これらのほか、電磁場を利用することによって流動を制御する方法が特に鉄鋼材料に対して行われており^{10)~14)}、偏析や中心キャビティの軽減、表面品質の改善のほか、結晶組織の等軸晶化が可能であることが知られている。さらに、アルミニウム合金に対しても電

磁攪拌を付与しながら連続鋳造を行う方法が検討されている^{15)~18)}。特に、凝固過程において、回転磁場を付与することにより結晶粒を微細化する方法については^{15), 19)~24)}、大型の金属素材に対して効率よく微細化を行う方法として期待されている。これらの研究において、回転磁場を一定周期で反転させる往復動攪拌を行うことによって微細化の効果が出るということが明らかにされている^{20), 24)}。我々はこれまでに円形断面を有する7150アルミニウム合金のビレット鋳造工程において電磁攪拌を加えることにより、結晶粒を微細化することを確認しており、特に回転磁場の反転時間0.5sから1.5sの間とすることによって最も効率よく微細化が行われることを明らかにとした²⁴⁾。一方で、実際に製造される鋳塊は円形断面を有するビレットのほか、角形断面のスラブがあり、スラブに対しても電磁攪拌を用いた結晶粒微細化技術の確立が求められている。しかしながら、回転磁場による電磁攪拌によって発生する流動は円形であることから、角形断面のスラブに対しては流動が不十分になり結晶粒が十分に微細化されないことが懸念されるほか、最適な反転時間条件が異なる可能性がある。

本研究では、産業上求められているスラブ形状を模擬した角形断面部材の鋳造プロセスに対し電磁攪拌の適用を試み、

¹ 国立研究開発法人産業技術総合研究所 構造材料研究部門軽量部材鋳造技術グループ（〒463-8560 愛知県名古屋守山区大字下志段味字穴が洞 2266-98） Structural Materials Research Institute, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST) (2266-98 Anagahora, Shimo-Shidami, Moriyama-ku, Nagoya, Aichi 463-8560)

* 責任著者 E-mail: murakami-yuichiro@aist.go.jp

微細化効果の確認と最適な反転時間条件の検討を行った。

2. 実験方法

実験に用いた装置の構成を **Fig. 1** に示す。電磁攪拌力を加えるためのコイルとして、三相交流モータからロータを取り出したステータを使用した。このコイルに、インバータを用いて一定の周波数の電流を流し、コイル内部に回転磁界を発生させる。コイル内部に導体である溶湯があると溶湯内部に渦電流が流れるため、フレミング左手の法則に従って回転磁界の回転方向と同じ方向へ力が働き、攪拌が起こる。

材料としては 7150 アルミニウム合金を用いた。材料の組成は **Table 1** に示すとおりであり、液相線温度は 630°C である。試料は耐熱レンガを用いて作製した型内で溶解したのち自然空冷し、650°C に達した時点で電磁攪拌を付加した。その後、完全に凝固するまで攪拌を加えながら自然空冷を行った。なお、液相線温度直上における冷却速度は -0.16°C/s であった。

実験条件を **Table 2** に示す。試料の断面形状については、アスペクト比は 2 通り、角部半径を 2 通りの条件で試験を行った。角部半径の条件のうち一方は、角部半径を厚さの半

分としたラウンド型とした。また、電磁攪拌は一方向に連続して加えた場合と、一定の反転時間 T で攪拌方向を変化させた場合とで試験を行った。この反転時間 T については、1 s, 2 s, 5 s とした場合について試験を行った。なお、溶湯にかかる力はコイルに流れる電流の周波数によって変化する。このため、本試験では周波数 240 Hz で一定の電流を付加し試験を行った。

作製した試料は電磁場が最も強くかかるコイル高さ方向中央部分の高さで切断、研磨を行った。断面の組織観察は試料を電解エッチングし、偏光フィルターを通した光学顕微鏡により行った。

電磁攪拌による効果を定量的に評価するため、組織写真を画像解析することにより結晶粒径を算出した。画像解析は日本ローバー社製 Image Pro Plus 7.01 を用いた。画像解析により各組織写真から結晶粒の面積 A [μm^2] を測定し、面積相当円直径 d [μm] を下記の式より算出した。

$$d = 2\sqrt{A/\pi}$$

平均粒径 d_s は、上記の式より計算した各結晶粒の粒径 d_i [μm] および面積 A_i [μm^2] から、面積加重平均値として下記の式より計算した。

$$d_s = \Sigma d_i A_i / \Sigma A_i$$

3. 結果

3.1 組織観察

今回実験で用いた 7150 アルミニウム合金について、電磁攪拌を付与せず冷却・凝固した場合に得られた組織写真を **Fig. 2** に示す。得られた組織の粒径は 2180 μm であった。なお、使用した型はアスペクト比 $AR=4$, $R=12\text{ mm}$ のもので、サ

Fig. 1 Schematic diagram of experimental setup.

Table 1 Chemical composition of the alloy.

(mass%)								
Si	Fe	Cu	Mg	Zn	B	Ti	Zr	Al
0.01	0.02	2.2	2.2	6.1	0.001	<0.001	0.12	Bal.

Table 2 Dimensions of slab mold and electromagnetic stirring test conditions.

Aspect ratio	Width(mm)	Thickness(mm)	Corner radius(mm)		Reverse imposition time
4	96	24	6	Round mold	$T=1\text{ s}, 2\text{ s}, 5\text{ s}$, one-way
4	96	24	12		$T=1\text{ s}, 2\text{ s}, 5\text{ s}$, one-way
5	100	20	7.5		$T=1\text{ s}, 2\text{ s}, 5\text{ s}$, one-way
5	100	20	10	Round mold	$T=1\text{ s}, 2\text{ s}, 5\text{ s}$, one-way

Fig. 2 Polarized optical microstructure of 7150 alloy solidified without EMS. Observation point was center, and aspect ratio and corner radius were $AR=4$ and $R=12\text{ mm}$.

Fig. 3 Microstructures of rectangular shape specimens with an aspect ratio 4 and corner radius 12 mm (round type mold). Applied electromagnetic stirring in the different reverse imposition times of (a) 1 s, (b) 2 s, (c) 5 s, and (d) unidirectional stirring; (–1) center and (–2) corner of specimen.

ンプリング位置は試料中心部付近である。

アスペクト比 $AR=4$ ，角部半径 $R=12\text{ mm}$ のラウンド型を用い，反転時間を変化させ作製した試料について，試料中心部および角部の組織を観察した結果を**Fig. 3**に示す。試料中心部では，反転時間を1 sとした場合（**Fig. 3(a-1)**）に微細な組織が得られており，反転時間が長くなるにつれ粗大化する傾向が得られた。特に，反転を行わず，一方向電磁攪拌を加えた場合の試料（**Fig. 3(d-1)**）では粗大化が進む傾向となった。一方，角部の組織に注目すると，反転時間が2 s以上の場合では粒径 $500\mu\text{m}$ 程度の粗大な結晶粒がみられる（**Fig. 3(b-2)**）。このような粗大な結晶粒は，反転時間を1 sとした場合ではみられなかった。

角部に着目し，アスペクト比および角部半径を変化させ試験を行った場合の組織写真を**Fig. 4**に示す。 $AR=4$ ， $R=6\text{ mm}$ の場合（**Fig. 4(a)**）および $AR=5$ ， $R=7.5\text{ mm}$ の場合（**Fig. 4(b)**）では，反転時間1 sおよび5 sの条件において，角部表面に図中に矢印で示すような粗大な結晶粒がみられた。一方，反転時間2 sの条件では粗大な結晶粒はみられなかった。これに対し，ラウンド型である $AR=5$ ， $R=10\text{ mm}$ の条件（**Fig. 4(c)**）においては，反転時間1 sの条件では粗大な結晶粒は現れず，反転時間2 sの条件で粗大な粒が観察された。また，いずれの条件においても一方向電磁攪拌を加えた場合では結晶粒が大きくなる傾向がみられた。

3.2 粒径測定結果

アスペクト比 $AR=4$ ，角部半径 $R=12\text{ mm}$ のラウンド型を用い，反転時間を変化させ作製した試料（**Fig. 3**）について，試料中心部および角部の平均結晶粒径を計算した結果を**Fig. 5**に示す。なお，角部の平均粒径は試料表面から5 mmの範囲の結晶粒を計算対象とし，平均値を算出した。平均粒径は試料中心部，角部ともに反転時間1 sの時に最も微細であり，反転時間が長くなるに伴い粗大化する傾向がみられた。ま

た，角部の平均結晶粒径は試料中心部に比べ大きくなる結果となった。

つぎに，異なるアスペクト比 AR および角部半径 R の試料における角部の組織（**Fig. 4**）について，上記と同様に平均結晶粒径を計算した結果を**Fig. 6**に，最大の結晶粒の大きさを測定した結果を**Fig. 7**に示す。反転時間1 sおよび2 sにおいては，角部がラウンド型であるか否かによって傾向が変わっている。角部がラウンド型である場合（**Fig. 6**破線），すなわち $AR=4$ ， $R=12\text{ mm}$ および $AR=5$ ， $R=10\text{ mm}$ の場合では反転時間1 sの場合で平均結晶粒径は最も細くなる。一方，角部がラウンド型でない $AR=4$ ， $R=6\text{ mm}$ および $AR=5$ ， $R=7.5\text{ mm}$ の場合（**Fig. 6**実線）では反転時間2 sの場合で平均結晶粒径は最も細かく，反転時間1 sでは粗大となる傾向があった。最大結晶粒径に着目すると（**Fig. 7**実線），反転時間1 sでは $1400\mu\text{m}$ を超える粗大な粒子がみられた。反転時間を2 s以上に増やした場合には，すべての条件において平均結晶粒径は増加する傾向となった。また，最大結晶粒径についても同様の傾向があり，特に反転時間5 sおよび一方向電磁攪拌の場合， $1400\mu\text{m}$ を超える粗大な粒子が存在した。

4. 考 察

電磁攪拌が組織微細化に与えるメカニズムとしては，以下のように考えられている²⁴⁾。高さ l ，半径 R の円柱において，電磁攪拌において生じる回転モーメント M は下記の式によって得られる。

$$M = \frac{\pi \omega l R^4 H^2}{4\rho}$$

ここで， ω は回転磁場の角加速度， ρ は電気抵抗率， H は磁場の強さである。融点付近におけるアルミニウムの電気抵抗を考えると，固体の電気抵抗率が $110\text{ n}\Omega\cdot\text{m}$ であるのに対し，

Fig. 4 Microstructures of corner of rectangular shape specimens with various aspect ratio AR and corner radius R . (a) $AR=4$, $R=6$ mm, (b) $AR=5$, $R=7.5$ mm and (c) $AR=5$, $R=10$ mm, (round type mold). Applied electromagnetic stirring in the different reverse imposition times of (-1) 1 s and (-2) 2 s.

Fig. 5 Effect of reverse imposition time on mean grain size on center and corner of specimen at $AR=4$, round type mold.

液体は $242\text{ n}\Omega\cdot\text{m}$ であるため²⁵⁾, 固体のアルミニウムにかかる回転モーメントは液体の2倍強となる。よって, 固液共存状態のアルミニウムに対して電磁攪拌を印加すると, 固相粒子は液体の2倍の加速度を受け運動することとなる。一方, 固相粒子の速度 v_s と液体の速度 v_l の差により, 固相粒子が下記の抵抗力 F を受ける。

$$F = \alpha \rho_d (v_s - v_l)^2 A$$

Fig. 6 Effect of reverse imposition time on mean grain size on corner at different various aspect ratios AR and corner radii R .

ここで, α は無次元抵抗係数 (乱流域, $500 < Re < 10^5$ では 0.22), ρ_d は液体の密度, A は固相粒子の流動方向に対する投影面積である。固相粒子の加速度は液体の2倍程度である一方で, 固相と液相との密度差は10%程度であることから, 固相粒子と液相の速度差 $v_s - v_l$ は時間の経過とともに増大する。一方で, 固相粒子の角速度が回転磁場の角速度に近づくと, 発生する渦電流が減少するため, 電磁力による回転モーメント

Fig. 7 Effect of reverse imposition time on maximum grain size on corner at different various aspect ratios AR and corner radii R .

は一定以上の速度となると低下する。このため、速度差 $v_s - v_l$ はある特定の時間 T で最大値をとる。反転時間がこの時間 T と一致するとき、最も効率よく固体粒子に抵抗力を与えることが可能となる。このような抵抗力が生じる場合、固相粒子の表面部分において組成的過冷却が抑えられるため、デンドライトの成長が抑制される。このため、粗大な粒の成長が抑えられ、微細な結晶粒の個数が増え、結果として結晶粒が微細化したものと考えられる。

円形断面形状の場合の試験結果では0.5sで組織が最も微細となった²⁴⁾。これに対し、今回試験を行った角形断面形状では、角部がラウンド型であるか否かによって結晶粒が最も微細となる反転時間が異なっており、ラウンド型である場合は反転時間1s、ラウンド型でない場合では反転時間2sで最も結晶粒が微細となった。そこで、アスペクト比を4とした際における電磁搅拌を付与した際の映像に注目し、最も流動が大きくなったときの画像を切り出したものをFig. 8に示す。ラウンド型でない場合（角部半径 $R=6\text{ mm}$ ）、反転時間が1sの場合では、角部において流動が起きずデッドメタルとなっている部分が観測された（Fig. 8(a)）。これに対し、反転時間が2sの場合では電磁搅拌による流速が大きくなり、反転した際の流動の乱れが大きくなる。このため、反転時間1sのときデッドメタルとなっていた角部でも流動が起きている様子が観測された（Fig. 8(b)）。これにより、角部において組織の微細化が起きたものと考えられる。一方、ラウンド型の場合（角部半径 $R=12\text{ mm}$ ）では、角部半径が大きいいためデッドメタルとなる部分がなくなっており、反転時間1sの場合でも角部で流動が生じている。このため、反転時間1sで最も組織が微細になったとみられる。また、この結果から抵抗力 F が最大となる時間は1s程度であると推測される。反転時間が2s以上ではいずれの条件でも反転時間の増加に伴い平均結晶粒径は増加したのと考えられる。

平均粒径は一方向電磁搅拌の場合に最も大きくなっている。これはビレット形状の場合と同様の傾向であるが、ビレット形状の場合²⁴⁾ に比べると粗大化の程度は小さい。こ

Fig. 8 Observation result of flow at aspect ratio 4 with different corner radii R and reverse imposition times t by CCD camera. (a) $R=6\text{ mm}$ and $t=1\text{ s}$, (b) $R=6\text{ mm}$ and $t=2\text{ s}$ and (c) $R=12\text{ mm}$ and $t=1\text{ s}$.

の原因としては以下の通りに考えられる。今回用いたコイルでは、電磁力によって円周方向にトルクが付与される。断面が円形であるビレット形状では、このトルクにより溶湯が円周方向に渦状の回転運動をする。一定の時間以上では流れが定常状態となるため、速度差 $v_s - v_l$ が減少、抵抗力 F が低下する。これに対し、角形断面形状では、水平方向断面の長手方向中心付近で流れが乱れる様子がみられた。このように長手方向中心付近で流れが乱れ、溶湯の速度が変化する部分があるため、速度差 $v_s - v_l$ が常に一定以上の大きさになっているとみられる。これにより、固相の微細化が促進されるため、円形断面形状の場合に比べ組織が微細化したものと考えられる。

5. 結 言

7150 アルミニウム合金に対し、角形断面形状を有する鋳型を用い、電磁搅拌を付与しながら凝固させることにより凝固組織に与える影響を調査した。断面形状のアスペクト比、角部半径、搅拌の反転時間を変化させて試験を行うことに

よって、下記の知見が得られた。

(1) 試料中心部における組織は、反転時間を1sとすることによって結晶粒は最も微細となった。

(2) 角部における組織は角部の形状に大きな影響を受ける。角部半径が大きく、板厚の半分となるラウンド型の場合では反転時間が1sのとき最も微細な組織になるが、角部半径が小さい場合では反転時間が2sのとき電磁攪拌による微細化効果が最大となる。

(3) アスペクト比が5程度と大きい場合においても、電磁攪拌を付与することにより結晶粒の微細化が可能である。

謝 辞

本研究成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）の委託事業「革新的新構造材料等研究開発」により得られたものです。また、多くの実験にご協力を頂いた新構造材料技術研究組合の宅見雅之氏に深く感謝致します。

参 考 文 献

- 1) G. P. Jones and J. Pearson: Metall. Trans., B, Process Metall., **7** (1976), 223–234, DOI: 10.1007/BF02654921.
- 2) 神尾彰彦：鑄造工学, **68** (1996), 1075–1083, DOI: 10.11279/jfes.68.1075.
- 3) C.-T. Lee and S.-W. Chen: Mater. Sci. Eng. A, **325** (2002), 242–248, DOI: 10.1016/S0921-5093(01)01464-2.
- 4) C. Vivès: Metall. Mater. Trans. B, **27** (1996), 445–455.
- 5) M. Li, T. Tamura, N. Omura, Y. Murakami, S. Tada, K. Miwa and K. Takahashi: J. Alloys Compd., **610** (2014), 606–613, DOI: 10.1016/j.jallcom.2014.05.044.
- 6) Y. Tsunekawa, K. Taga, Y. Fukui and M. Okumiya: Mater. Sci. Forum, **638** (2010), 362–367.
- 7) S. Gnapowski, Y. Tsunekawa, M. Okumiya and K. Lenik: Arch. Foundry Eng., **13** (2013), 39–42.
- 8) 上谷保裕, 高木英俊, 松田健二, 池野 進：軽金属, **50** (2000), 203–209, DOI: 10.2464/jilm.50.203.
- 9) K. Sukumaran, B. C. Pai and M. Chakraborty: Mater. Sci. Eng. A, **369** (2004), 275–283, DOI: 10.1016/j.msea.2003.11.036.
- 10) 氏家義太郎, 前出弘文, 伊藤幸良, 荻林成章, 関 博, 和田要, 伊藤裕雄：鉄と鋼, **67** (1981), 1297–1306, DOI: 10.2355/tetsutohagane1955.67.8_1297.
- 11) 竹内栄一, 藤井博務, 大橋徹郎, 円野 仁, 高尾滋良, 古垣一成, 喜多村治雄：鉄と鋼, **69** (1983), 1615–1622, DOI: 10.2355/tetsutohagane1955.69.14_1615.
- 12) 高木政明, 放生会治男, 芝田智樹：電気製鋼, **58** (1987), 36–44, DOI: 10.4262/denkiseiko.58.36.
- 13) 浅井滋生：鉄と鋼, **75** (1989), 32–41, DOI: 10.2355/tetsutohagane1955.75.1_32.
- 14) 久保田淳, 久保典子, 鈴木 真, 石井俊夫, 西町龍三, 荒牧則親：鉄と鋼, **86** (2000), 271–277, DOI: 10.2355/tetsutohagane1955.86.4_271.
- 15) 大野篤美, 茂木徹一, 清水 亨：日本金属学会誌, **46** (1982), 554–563, DOI: 10.2320/jinstmet1952.46.5_554.
- 16) N. Barman, P. Kumar and P. Dutta: J. Mater. Process. Technol., **209** (2009), 5912–5923, DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2009.07.008.
- 17) C. Mapelli, A. Gruttadauria and M. Peroni: J. Mater. Process. Technol., **210** (2010), 306–314, DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2009.09.016.
- 18) B. Ban, Y. Li, Q. Zuo, T. Zhang, J. Chen and S. Dai: J. Mater. Process. Technol., **222** (2015), 142–147, DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2015.03.012.
- 19) S. Eckert, P. A. Nikrityuk, D. Rübiger, K. Eckert and G. Gerbeth: Metall. Mater. Trans. B, **38** (2007), 977–988, DOI: 10.1007/s11663-007-9096-4.
- 20) B. Willers, S. Eckert, P. A. Nikrityuk, D. Rübiger, J. Dong, K. Eckert and G. Gerbeth: Metall. Mater. Trans. B, **39** (2008), 304–316, DOI: 10.1007/s11663-008-9126-x.
- 21) M. Tang, J. Xu, Z. Zhang and Y. Bai: Trans. Nonferrous Met. Soc. China, **20** (2010), 1591–1596, DOI: 10.1016/S1003-6326(09)60344-7.
- 22) M. Li, T. Tamura, N. Omura, Y. Murakami and S. Tada: J. Mater. Process. Technol., **235** (2016), 114–120, DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2016.04.024.
- 23) M. Li, T. Tamura, N. Omura, Y. Murakami and S. Tada: IOP Conf. Ser: Mater. Sci. Eng., **117** (2016), 012048.
- 24) M. Li, Y. Murakami, I. Matsui, N. Omura and S. Tada: Mater. Trans., **59** (2018), 1603–1609, DOI: 10.2320/matertrans.M2017357.
- 25) J. R. Davis: ASM Specialty Handbook: Aluminum and Aluminum Alloys, ASM International, (1993), 641.