傾斜冷却板の BN 膜厚がセミソリッド固相率に与える影響について*1

朴 龍雲*2 茂木 徹一

千葉工業大学工学部

J. Japan Inst. Metals, Vol. 68, No. 4 (2004), pp. 228–231
© 2004 The Japan Institute of Metals

Influence of BN Film of Inclined Cooling Plate on Solid Fraction in Semisolid Slurry

Long yun Piao*2 and Tetsuichi Motegi

Faculty of Engineering, Chiba Institute of Technology, Narashinoshi 275–0016

In our continuous casting of semisolid aluminum alloys and magnesium alloys using an inclined cooling plate, we have succeeded to cast billets consisting of granular grains. The cooling plate generates crystal in these alloys with small solid fraction. We coated the cooling plate with BN to prevent the formation of a solid shell. The number of grains was influenced by the thickness of the BN coating. Therefore, we investigated the influence of the BN coating thickness on the number of crystals, solid fraction, relation between isothermal holding time, and heat flux. The optimal BN coating thickness for obtaining the largest number of grain was 30 μm . In this case, the largest degree of supercooling in the molten alloy occurred on the cooling plate and the largest heat flux was obtained. The solid fraction in the semisolid slurry was 2.6% just below the cooling plate and it became more than 40% in the tundish held at 60 seconds.

(Received November 7, 2003; Accepted February 18, 2004)

Keywords: AC4CH aluminum alloy, casting, semisolid, granular grain, BN coating, solid fraction

1. 緒 言

近年研究が盛んに行われているセミソリッド加工法は、完全な熔融状態からの成形方法に比べて、寸法精度の向上¹⁾、機械的性質の向上、高粘性のために酸化物やガスの巻き込みが少ないこと、素材の節減や歩留まりの向上などの利点があり、高品質の製品が得られると言われている。従来の半凝固スラリーの作製方法としては、機械攪拌および電磁攪拌²⁾法があるが、設備の大型化、操作の複雑さおよび高コストなどの問題点があげられる。茂木らは結晶遊離現象^{3,4)}を応用して、簡単な傾斜冷却板を用いて粒状の初晶を有するセミソリッドスラリーの作製法を開発し、得られたスラリーを水平連続鋳造することにより、AC4CH, 6070, 7075 アルミニウム合金ビレットの作製に成功している⁵⁾。このスラリーの作製の際には、銅製傾斜冷却板の表面に BN を塗布して、凝固シェルの発生を防止している。その理由は、凝固シェルがいったん生成すると、シェルの厚さが増加して、スラリーが得られにくくなるためである。この場合冷却板の銅の熱伝導率は 386 W/mK であるのに対して BN の熱伝導率は 28 W/mK であり、塗布される BN 厚さは冷却板から遊離する初晶 αAl 数に影響を及ぼすとともにその大きさや形状にも影響するこ

とが考えられる。

そこで本研究は、傾斜冷却板を使用してセミソリッドスラリーの鋳造組織を微細粒状にするための、冷却板上の BN 膜厚の影響を調べることを目的とした。

2. 実 験 方 法

2.1 傾斜冷却板を用いたセミソリッド金型鋳造および断熱材製鋳型での等温保持実験

試料は Table 1 に示す組成の市販の AC4CH アルミニウム合金である。この合金の液相線温度は 897 K で、固相線温度は 828 K である。

Fig. 1 は実験装置の模式図である。この装置は電気炉、純

Table 1 Chemical composition of AC4CH alloy used.

Element	mass%
Si	6.79
Mg	0.45
Fe	0.14
Ti	0.15
Cu	0.04
Zn	0.02
Mn	0.02
Al	balance

*1 2003 年 10 月 12 日日本金属学会秋期大会において発表

*2 千葉工業大学大学院生 (Graduate Student, Chiba Institute of Technology)

Fig. 1 A schematic diagram of the experimental assembly.

銅製傾斜冷却板，炭素銅製金型または金型に代えて断熱材製鋳型から構成されている．実験の際には，予め冷却板の表面に BN を均一に膜状に塗布し，その厚さは膜厚計で測った．試料は電気炉で溶解され，所定温度において湯面制御棒をるつぽ内に降下させて，融液表面を上昇させることにより，るつぽ上部側面に設けた給湯管を通して融液を傾斜冷却板上に流下させ，金型および断熱材製鋳型に鋳造した．

2.1.1 金型鋳造実験

金型鋳造実験は，融液を傾斜冷却板上に流下させることにより，臨界半径（熱力学）以上に成長した初晶 αAl を冷却板下部に設置した金型に融液とともに流しこんで，セミソリッド状態にした後，氷水中で急冷させた．使用した金型は断熱材を巻いて所定の固液共存領域の温度まで予熱し，断熱材は急冷直前に金型から取り除いた．

冷却板から遊離した初晶の数は金型鋳造により得られた試料を研磨して，光学顕微鏡写真を用いて計測した．顕微鏡観察で見られる初晶粒子が同一のデンドライトアームの一部かまたは独立した粒子であるかが判別しにくい．そこで一度観察した試料を用いて同じ位置をさらに $3\sim 5\ \mu\text{m}$ ずつ研磨を繰り返して，写真撮影して，結晶数を測定した．また，固相率の計算に使った初晶 αAl の大きさは冷却板の直下で，銅ブロックによる挟み込みにより得られた厚さが約 $0.1\ \text{mm}$ の試料の組織観察からそれらの平均粒径を測った．

2.1.2 断熱材製鋳型による等温保持実験

断熱材製鋳型中での等温保持実験は冷却板直下に鋳型を置いて，スラリーを溜め，所定の時間等温保持（0 s, 5 s, 10 s, 15 s, 20 s, 30 s, 60 s）した後に鋳型からスラリーを流し出して，銅ブロックにより挟み込み，急冷凝固試料を作製して，同様に平均粒径を求めた．また，傾斜冷却板から遊離する初晶の数に影響を及ぼす要因としては，鋳造温度，冷却板長さ，角度および BN の膜厚が挙げられる．そこでまず，BN 膜厚が初晶 αAl の生成，遊離に与える影響を調べるために，予備実験に基づいて最も微細になる条件である鋳造温度 $897\ \text{K}$ と冷却板角度 60° を一定して，BN 膜厚を $30\ \mu\text{m}$, $70\ \mu\text{m}$, $120\ \mu\text{m}$ ，冷却板の長さを $60\ \text{mm}$, $100\ \text{mm}$, $160\ \text{mm}$ と

変化させてスラリーを作った．さらに，初晶 αAl が微細かつ粒状化する最適条件を選んで等温保持実験を行った．

2.2 冷却板の冷却に関する実験

BN 膜厚の違いによる冷却板の冷却能力を熱流束で比較するために冷却板上の融液の温度，冷却板の裏面の温度および冷却水の温度を測定した．冷却板の裏面の温度は熱電対を水冷管および冷却板の裏面に設置した．BN と接触する融液の温度は熱電対を BN 表面から $0.1\ \text{mm}$ 離れた位置に冷却板に垂直に設置し，また水の温度測定は水冷管に繋がっているホースに穴を開け，ホースの半径方向の中心部まで熱電対を差し込んで行った．なお，冷却板上の融液の平均温度は，冷却板直下に設置した断熱材製鋳型内のスラリー温度と冷却板直下で冷却板の表面から $2\ \text{mm}$ 離れた位置の温度の平均値によって求めた．熱電対は直径が $0.5\ \text{mm}$ であるシース型 K 熱電対を使った．本研究では，融液と直接接触するすべての器具には，不純物の混入を防ぐため特級試薬の TiO_2 でライニングした．初晶の粒径の測定には，撮影したミクロ組織写真の初晶面積の平均値を円相当径に換算し，その値を平均粒径とした．

3. 実験結果および考察

3.1 冷却板の熱流束の計算

Fig. 2 は冷却板上で BN と接触している融液の温度および冷却板の裏面の温度を示したものである．冷却板の裏面の温度は BN 膜厚が $30\ \mu\text{m}$, $70\ \mu\text{m}$ および $120\ \mu\text{m}$ の場合にはそれぞれ $333.5\ \text{K}$, $318.5\ \text{K}$ および $313.5\ \text{K}$ を示したが，BN と接している融液の温度は膜厚に関係なく，いずれも $865\ \text{K}$ を示した．また Fig. 3 は冷却水の温度上昇に及ぼす BN 膜厚の影響を示したもので，BN の膜厚が $30\ \mu\text{m}$, $70\ \mu\text{m}$, $120\ \mu\text{m}$ では，それぞれ $0.46\ \text{K}$, $0.32\ \text{K}$, $0.15\ \text{K}$ の温度上昇を示した．冷却水の上昇温度から冷却板により拔熱されたエネルギー量 Q は $Q = Cm\Delta T$ により求めた⁶⁾．ここで C は水の比熱， m は水の流量によって算出した質量流量， ΔT は冷却水の温度上昇である．さらに熱流束 q は $q = Q/(n \times S)$ によって計算した． n は冷却管の本数， S は融液の幅と冷却管が冷却板と接触する幅による面積である．この計算は冷却板の裏面および表面の温度が定常状態のものである．Fig. 4 は計算結果を示したものである．これから BN 膜厚が $30\ \mu\text{m}$ の場合に熱流束が最も大きいことが明らかになった．

3.2 金型鋳造実験結果

Fig. 5 は金型鋳造による組織写真から求めた初晶の数を示したものである．冷却板長さが長くなるとともに，また BN 膜厚が薄くなるとともに初晶の数が増加している．これは冷却板上で遊離する初晶 αAl 数は融液と BN が接触する時間にも関係があると考えられる．接触時間があまり短いと初晶 αAl の数が減り，接触時間があまり長すぎても初晶 αAl の数が減っている⁵⁾．今回の実験（冷却板の長さ $160\ \text{mm}$ まで）では初晶 αAl の数が減少することは観察できなかった．Fig. 6 は冷却板の長さを $160\ \text{mm}$ としたときの，BN 膜厚 $30\ \mu\text{m}$ ，

Fig. 2 Influence of coated BN thickness on temperature of the both side of inclined cooling plate during flow of molten AC4CH aluminum alloy. (Casting temperature: 897 K, Plate angle: 60°, Plate length: 160 mm).

Fig. 3 Influence of coated BN thickness on the temperature rise of cooling water during flow of molten AC4CH aluminium alloy. (Casting temperature: 897 K, Plate angle: 60°, Plate length: 160 mm).

Fig. 4 Influence of BN thickness on heat flux. (Casting temperature: 897 K, Plate angle: 60°, Plate length: 160 mm).

Fig. 5 Influence of cooling plate length and BN thickness on the number of crystals. (Casting temperature: 897 K, Plate angle: 60°).

70 μm および 120 μm での金型鑄造組織である．同じ接触時間に対して，BN 膜厚が薄くなるとともに金型鑄造組織が細かくなっているが，これは BN の膜厚の変化が冷却板の熱伝導に与えた結果であると考えられる．スラリーの固相率 f_s は $f_s = N \times P / SS \times 100\%$ によって計算した．ここで N は写真視野内での初晶の数， P は一つの初晶の平均面積， SS は写真視野の面積である．Fig. 7 は計算結果から求めた傾斜冷却板上のスラリーの固相率を示したものである．ここで，計算に用いた初晶の平均粒径は 10 μm である．初晶が遊離する数の違いは，冷却板上の BN 膜厚の違いによる合金融液の過冷度の違いにあると考えられる．Fig. 8 は冷却板上の溶湯の温度分布を示したものである．過冷度が大きくなると臨界半径が小さくなり，より多くの初晶が生成，遊離できると考えられる⁷⁾．

3.3 断熱材製鑄型内での等温保持

断熱材製鑄型内での固相率の変化は水平連続鑄造を行う際にタンディッシュ内での固相率変化に相当するものであり，安定に連続鑄造ビレットを作製する際に大きな影響を与えると考えられる．Fig. 9 は，初晶が最も多く晶出する BN 膜厚 30 μm の場合の等温保持時間と初晶粒径および円形度係数の関係を示したものである．また Fig. 10 は固相率の計算結

Fig. 6 Microstructures of AC4CH aluminium alloy cast in the permanent mold using the inclined cooling plate coated with BN of various thickness. Casting temperature: 897 K, Plate angle: 60°, Plate length: 160 mm) (a) 30 μm , (b) 70 μm , (c) 120 μm .

Fig. 7 Influence of cooling plate length and BN thickness on the solid fraction. (Casting temperature: 897 K, Plate angle: 60°).

Fig. 8 Influence of BN thickness on the temperature distribution on the cooling plate. (Casting temperature: 897 K, Plate angle: 60°).

Fig. 9 Influence of holding time on average grain diameter and degree of round shape. (Casting temperature: 897 K, Plate angle: 60° , Plate length: 160 mm, BN thickness: $30 \mu\text{m}$).

Fig. 10 Relationship between solid fraction and holding time. (Casting temperature: 897 K, Plate angle: 60° , Plate length: 160 mm, BN thickness: $30 \mu\text{m}$).

果を, Fig. 11 は等温保持時間が 0 s, 20 s および 60 s のときの急凝固組織を示したものである。

初晶 αAl は時間が経つに従って丸く, 大きく成長して, 保持時間が 15 s を経過すると円形度係数が 80% 以上になる

Fig. 11 Microstructures of AC4CH aluminium alloy obtained by rapidly cooled melt at 0, 20, and 60 seconds in the tundish after pouring. (Casting temperature: 897 K, Plate angle: 60° , Plate length: 160 mm, BN thickness: $30 \mu\text{m}$).

ことおよび固相率も 60 s 等温保持すると 40% 以上になることが明らかになった。

4. 結 言

傾斜冷却板を使用したアルミニウム合金セミソリッドスラリーを铸造して, 粒状結晶生成に及ぼす BN 膜厚の影響を調べた結果, 次のことが明らかとなった. 铸造温度 897 K, 冷却板の長さが 160 mm, 冷却板の角度が 60° である時,

(1) BN 膜厚さが $30 \mu\text{m}$ のとき初晶 αAl の数は最大である。

(2) そのとき, 冷却板上での合金融液の過冷度および熱流束も最大である。

(3) BN の膜厚が $30 \mu\text{m}$, 冷却板の長さが 160 mm の時の, 冷却板直下での固相率は 2.3%~2.6% であり, 断熱材製铸型内で約 60 s 等温保持すると固相率が 40% 以上になる。

文 献

- 1) S. Kamado and Y. Kojima: J. Japan Inst. Light Metals **50**(2000) 682-688.
- 2) S. Fukuoka: J. Japan Soc. Tech. Plasticity **41**(2000) 1156-1161.
- 3) A. Ohno, T. Motegi and H. Soda: J. Japan Inst. Metals **35**(1971) 11-16.
- 4) T. Motegi, N. Ogawa, K. Kondo, C. Liu and S. Aoyama: Proc. 6th Int. Conf. on Aluminum Alloys, (ICAA6) **1**(1998) 297-302.
- 5) F. Tanabe, T. Motegi and E. Sugiura: J. Japan Inst. Light Metals **53**(2003) 290-294.
- 6) A. Saito and M. Okada: *Reidai Enshu Dennetsu Kogaku*, (Sangyo tosyo, Tokyo, 1993) p. 23
- 7) Japan Inst. of Metals: *Chuzo Gyoko*, (Maruzen, Tokyo, 1992) p. 66.