半溶融状態で攪拌した Al-Cu 合金の組織とみかけ粘度

森 信幸* 大城 桂作* 松田 公扶**

J. Japan Inst. Metals, Vol. 48, No. 9 (1984), pp. 936-944

On the Apparent Viscosity and Structure of Partially Solidified Al-Cu Alloys under Stirring

Nobuyuki Mori*, Keisaku Ōgi* and Kimio Matsuda**

Apparent viscosity of partially solidified alloys is expected to be extremely influenced by the size and morphology of crystals. An Al-5%Cu alloy was stirred during solidification with a paddle or a columnar rotor, and factors affecting the apparent viscosity and structure of the alloy slurry were investigated.

The apparent viscosity ($\mu/\text{Pa}\cdot\text{s}$) of the slurry was approximated by the following equation as a function of the rotation speed (n/s^{-1}) between rotor and crucible, the cooling rate ($V_c/\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$) and the fraction solid (f_s).

$$\mu = A \cdot n^{-1.8} \varepsilon^{13} f_s \cdot V_c^{0.6},$$

where $A=1.8$ (paddle) and 0.9 (columnar rotor).

Primary crystals were broken into fine quasi-spherical particles by the stirring, while some of them coalesced into complicated particles in the slurry.

A relationship was observed between the apparent viscosity and the particle coupling ratio R_n , that is, the ratio of the number (mm^{-2}) of fine quasi-spherical primary particles to the number (mm^{-2}) of complicated particles.

(Received April 4, 1984)

Keywords: apparent viscosity, aluminum-copper alloy, partially solidified alloy, stirring, paddle, rotor, structure, solidification, shear rate, slurry, dendrite

I. 緒 言

固液共存状態にある合金では、固相と液相の割合およびその存在形態に応じて固相的な性質と液相的な性質が現われ、その変形或いは粘性挙動は単純ではないことが知られている⁽¹⁾⁽²⁾。このような半溶融状態における合金の粘性挙動に関しては、これまで回転円筒法⁽¹⁾⁽²⁾、回転攪拌法⁽³⁾⁻⁽⁷⁾、ねじり振動法⁽⁸⁾⁽⁹⁾および細管法⁽¹⁰⁾などにより測定されており、それぞれ強制攪拌による半溶融合金の組織と粘性挙動、或いは鑄造時の溶湯流動における粘性挙動の解明等を目的としている。しかしながら、これらの研究における粘度センサーはいずれもその研究に固有の一定形状のものを使用しており、センサーの形状や試料保持容器(ルツボ)との間隔および攪拌速度等の攪拌条件が半溶融金属の組織と粘性挙動に及ぼす影響についてはほとんど明らかにされていない。

本研究は以上のことを明らかにするため、Al-5%Cu 合金を固液共存状態で回転子により攪拌しながらトルクを測定し、回転子の形状、回転速度、およびルツボの内径を変

えてみかけ粘度を測定するとともに、凝固途中で試料を急冷してその組織を調査した。

II. 実験方法

1. 実験装置と操作

実験に用いた Al-5%Cu 合金は、工業用純 Al (99.7%) と再電解銅 (99.99%) を原料として溶製した。Fig. 1 に実験装置の概略を示す。アルゴン雰囲気のカンタル炉内に設置した黒鉛ルツボ中で試料を溶解し、黒鉛製の回転子で攪拌しながら炉温を一定速度 (約 $3 \times 10^{-2} \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$) で低下して凝固させた。このとき回転トルクは回転軸にとりつけたトルク・メーターにより検出した。回転子とルツボの形状寸法を Fig. 2 に示す。回転子の形状は 2 バドル、1 バドルおよび円柱の 3 種で、外径 (d) および長さ (h) はいずれもそれぞれ $\phi 50 \text{ mm}$ および 50 mm である。なお、バドルは円柱から切出した。ルツボは内径 (D) が 53 mm , 60 mm , および 75 mm の 3 種で、回転子との間隙即ちクリアランス ($4R$) はそれぞれ 1.5 mm , 5.0 mm および 12.5 mm とな

* 九州大学工学部 (Faculty of Engineering, Kyushu University, Fukuoka)

** 九州大学工学部, 現在: 佐世保工業高等専門学校 (Faculty of Engineering, Kyushu University, Fukuoka. Present address: Sasebo Institute of Technology, Sasebo)

Fig.1 Experimental apparatus.

Fig.2 Rotor and crucible.

る。また、攪拌時に溶湯周辺部が上昇することを防止するためルツボは蓋つきとし、その高さを調整して試料の高さ (H) を 70 mm, および一部試料については 60 mm とした。ルツボ底中心に NC 質保護管 ($\phi 5$ mm) を立てて測温用熱電対 (PR) を挿入するとともに、回転子の偏心と回転ぶれを防止した。更に、測温をルツボ壁の上下 2 ケ所に挿入した熱電対によっても行ない、試料内の温度が均一であることを確認した。

試料は液相線 (919 K) 上約 50 K の温度に加熱溶解後、約 $2.7 \times 10^{-2} \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$ で冷却しながら回転子で攪拌し、液相線温度下約 10 K で固相率 (f_s) が約 0.46 に達した時攪拌を止め、ルツボを引下げて水冷ジャケットで急冷することにより半融スラリーの組織観察用試料を得た。なお、実験温度 T における試料の固相率 (f_s) は、Pfann の式⁽¹¹⁾と平衡状態図⁽¹²⁾より次式で求めた⁽⁴⁾。

$$f_s = 1 - \left(\frac{T_M - T_L}{T_M - T} \right)^{1/(1-k)} \quad (1)$$

ここで、 T_M : 純 Al の融点 (933 K), T_L : 合金の液相線温度 (919 K), k : 分配係数である。

2. みかけ粘度の求め方

回転子の攪拌トルクからみかけ粘度を求める方法としては、回転子が円柱の場合には層流条件下で回転円筒法によるニュートン流体の粘度を求める次式が利用されている⁽¹⁾⁻⁽⁵⁾。

$$\mu = \tau / \dot{\gamma} = \alpha T (1 - \beta^2) / 4\pi R^2 L \omega \quad (2)$$

ただし、 μ : みかけ粘度, τ : セン断応力, $\dot{\gamma}$: セン断変速度, T : 回転子のトルク, R : 回転子半径 ($=d/2$), L : 回転子長さ, β : 回転子径 (d) とルツボ径 (D) との比 $=d/D$, ω : 角速度 ($=2\pi n$, n : 回転数 (s^{-1})), α : 回転子の端面効果等による補正係数である。

ここで、式 (2) の補正係数 α については、安江ら⁽²⁾は粘度既知のグリセリンを用いて α の値を検定し、Mehrabian ら⁽³⁾⁽⁴⁾はリブ付円柱を用いているが $\alpha=1$ と仮定しており、また渋谷ら⁽⁵⁾は円柱の一部を切取った円に近い回転子を用いて粘度校正用標準液で検定することにより $\alpha=1.0 \sim 1.17$ を得ている。本実験においても、円柱の場合については式 (2) を用いた解析が可能であり、粘度既知のグリセリンを用いて装置の α 値と Re 数の関係を求めた結果、層流の場合には α は Re 数にはよらずクリアランス ΔR のみの関数として次式で表わされた[†]。

$$\alpha = 1.2 - 0.139 \ln \Delta R (\pm 0.04) \quad (2-a)$$

α 値は $\Delta R=1.5, 5.0$ および 12.5 mm のそれぞれについて $\alpha=1.14, 0.98$, および $0.85 (\pm 0.04)$ であり従来の実験値に近い。

しかしながら、本実験のように非ニュートン流体を円柱とは著しく異なるパドルのような回転子で攪拌する場合には、 τ や $\dot{\gamma}$ を円柱の場合のように計算で求めることは出来ないため、式 (2) の適用は困難である。そこで、ここでは従来より化学工学の分野で行われているパドルやプロペラ等による攪拌所要動力数 (N_p) と攪拌レイノルズ数 (Re) の関係を示す N_p - Re 線図を利用する方法を採用した⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾。

† α の値が ΔR のみの関数として上式で表わされるのは、層流～乱流遷移の臨界 Re 数 (Rec) 以下の Re 数においてであり、 Rec 以上の場合には α 値は Re 数の増加とともに急激に減少した。また、パドルの場合には α は約 2 から 3 程度となり、当然ながら円柱の粘度式は成立しない。

これによれば、一般にニュートン流体の攪拌所要動力 P ($=T \cdot n$, T : トルク, n : 回転数) は, 流体の粘性力による P_1 と慣性力による P_2 により次式で示される.

$$P \cdot g_c = (P_1 + P_2) \cdot g_c = C_1 \mu n^2 d^3 + C_2 \rho n^3 d^5 \quad (3)$$

ただし, C_1, C_2 は比例定数, d は回転子直径, ρ は密度, g_c は換算係数である.

ここで, 無次元数である攪拌所要動力数 N_p (式 (4)), および攪拌レイノルズ数 Re (式 (5)) を用いれば, 式 (6) を得る

$$N_p \equiv P \cdot g_c / \rho n^3 d^5 \quad (4)$$

$$Re \equiv \rho n d^2 / \mu \quad (5)$$

$$N_p = A / Re + B \quad (6)$$

これは, 低 Re 数では第 1 項 A/Re が主となって粘性力 ($\sim \mu n^2 d^3$) がトルクを支配し, 高 Re 数では第 2 項 B が主となって慣性力 ($\sim \rho n^3 d^5$) 支配となることを示している.

従って, 同一攪拌装置について粘度既知のニュートン流体を攪拌した場合の動力特性 N_p-Re 曲線をあらかじめ求めておき, つぎに目的の流体の攪拌動力 P を測定して式 (4) により攪拌所要動力数 N_p を算出し, 上記ニュートン流体の N_p-Re 曲線から逆に Re を求めれば, 式 (5) によりみかけ粘度 μ を逆算することができる.

Fig. 3 に, 温度の関数として粘度の知られているグリセリンの攪拌実験により, 本実験で使用した攪拌装置の N_p-Re 線図を求めた結果を示す. 円柱, 1 パドル, 2 パドル別に示したが, 同一回転子形状ではルツボとの間のクリアランス ΔR が大きいほど攪拌所要動力数 N_p は小さくなる. また, N_p-Re 曲線は図中の矢印で示した臨界 Re 数

Fig. 3 N_p vs Re (Glycerin).

(Rec) を超えると, その直線性が失われて N_p の Re 数への依存性が次第に小さくなる. 従って, Rec 程度までの低 Re 数では N_p-Re 曲線からみかけ粘度を容易に求めることができるが, Rec 以上では Re 数が増大するにつれてみかけ粘度の決定が困難になる. この Rec の値は, ΔR が大きいほど, また回転子の形状が円柱から 1 パドル, 2 パドルと複雑になるほど小さくなっている.

円柱の場合については, 回転 2 重円筒の流れが不安定になる臨界の回転数 n_c が, $n_c = 9.30 \mu / (\rho \sqrt{\Delta R^3 (d + 2\Delta R)})$ で表わされることから⁽¹⁹⁾, Rec は理論的にも求められ, 理論臨界 $Rec(t)$ は次式で与えられる.

$$Rec(t) = \rho n_c d^2 / \mu = 9.30 d^2 / \sqrt{\Delta R^3 (d + 2\Delta R)} \quad (7)$$

式 (7) から算出した $Rec(t)$ の値を Fig. 3 の円柱のデータに一点鎖線で付したが, $\Delta R = 12.5$ mm および 5.0 mm ではそれぞれ $Rec(t) \approx 60$ および 270 となり, 図中の矢印で示した実験値 $Rec \approx 60$ および 200 とよく一致していると言える. ただし, $\Delta R = 1.5$ mm の $Rec(t)$ は約 1740 と 400 以上であり図中に現われていない. 従って, 円柱ではこれらの Rec 値, パドルではこれより小さい $Re \approx 20 \sim 100$ の範囲にある Rec 値 (図中矢印) を超えると乱流が発生し, Re 数の増加とともにその程度が大きくなって N_p-Re 曲線が次第に水平に近づく.

III. 実験結果および考察

1. 半融スラリー組織

Fig. 4 に, Al-5%Cu 合金半融スラリー組織に及ぼす回転子形状, およびルツボと回転子とのクリアランス (ΔR) の影響を示す. これらはいずれも冷却速度 $V_c = 2.7 \times 10^{-2}$ K·s⁻¹ で凝固させながら回転数 $n = 8$ s⁻¹ で攪拌し, 試料の液相線温度 ($T_L = 646^\circ\text{C} = 919$ K) 以下約 10 K で固相率 $f_s \approx 0.46$ になったときにルツボを引下げて急冷した組織である. いずれの回転子の場合も, 写真中で白く見える初晶粒子は丸みを帯びており, クリアランス (ΔR) が小さいほど微細化している. また, 円柱の $\Delta R = 1.5$ mm の場合に試料底部 (写真下部) で沈殿結晶があることを除けば, 回転子形状による相異はほとんど認められない. なお, $\Delta R = 1.5$ mm の円柱の沈殿結晶は, 後述するように試料高さ (H) を 70 mm から 60 mm にすることによりなくすことができた.

Fig. 5 に, 2 パドルの場合のスラリー組織に及ぼす回転数 (n) の影響を示した. いずれのクリアランス (ΔR) の場合も, 回転数の小さい方が粒子は丸みの少ない不規則な形をしていて大きさも不ぞろいであり, また互に連続した粒子が多くなっている.

これらの初晶粒子の平均的な大きさを比較するため, 試料の単位面積当たりの粒子数 (n_p) を測定し, 回転数 (n) との関係を図 6 に示した. 図中の ■, □, □等の印は球状に近い粒子 (擬球状粒子) の個数 (n_p) で, これらの粒子は

Fig.4 Effects of Rotor shape and clearance (ΔR) on the structure of alloy slurry.

(a)~(c) 2 Paddle, (d)~(f) 1 Paddle, (g)~(i) Column,

(a), (d), (g) $\Delta R=12.5$ mm, (b), (e), (h) $\Delta R=5.0$ mm, (c), (f), (i) $\Delta R=1.5$ mm.

Fig.5 Effects of rotation speed (n) and clearance (ΔR) on the structure of alloy slurry.

(a)~(c) $n=8$ s $^{-1}$, (d)~(f) $n=2$ s $^{-1}$,

(a), (d) $\Delta R=12.5$ mm, (b), (e) $\Delta R=5.0$ mm, (c), (f) $\Delta R=1.5$ mm.

Fig.7 に例 (矢印) を示すように互に接触していてもその形状から判断して攪拌時には融液中で離れていたか、或いは容易に離れ得たと考えられる独立性の高い粒子である。また、各データの下につけた $\blacklozenge$ 印は互いに接触した粒子を一体であると見なした場合の個数 (n'_p) であり、トルクや粘性への影響が大きいと考えられる複雑な形状の複合粒子を含む粒子数を示している。ただし、 ΔR が 1.5 mm の場合は粒子が細かく、 n_p , n'_p の測定が困難で誤差が大きいため、 n_p の測定値だけを示した。図中の実線は 2 パドルの場合

で、いずれのクリアランス (ΔR) の場合にも n_p は n の増加とともに増大する傾向が認められるが、その変化量は小さい。また、他の回転子についても n_p は 2 パドルの場合とほぼ同程度であり形状による n_p の相違は小さい。しかし、破線で示した複合粒子を含む粒子数 n'_p はいずれの ΔR の場合も n への依存性が n_p より大きく、従って同一 ΔR では n が小さいほど n_p と n'_p の比 $R_n (=n_p/n'_p)$ は大きくなっている。以上のことから、初晶粒子の平均的な大きさ (n_p で表わされる) は主としてクリアランス (ΔR) に依存する

Fig. 6 Relations between n_p , n'_p and n .

Fig. 7 An example of the structure of alloy slurry. Arrows indicate the junctions of quasi-spherical primary particles.

が、回転数が小さいほど初晶粒子が分断される回数が少ないため、攪拌冷却時の粒子間の相互接合が生じやすくなる⁽³⁾⁽⁵⁾ (すなわち R_n 値が大きくなる) のではないかと考えられる。

Fig. 6 から、クリアランス (ΔR) が n_p に及ぼす影響が大きいので、Fig. 8 に n_p と ΔR の関係を $n=2$ および 8 s^{-1} の場合について示した。いずれの n の場合も n_p は ΔR の増加とともに大きく減少し、これらの直線の勾配は n によらず約 -0.4 であることから、 $n_p \propto \Delta R^{-0.4}$ で表わされる。同様に、Fig. 6 の実線の勾配はいずれも約 0.1 であるので、両者より $n_p \propto n^{0.1} \cdot \Delta R^{-0.4}$ で表わすことができる。

また、 n_p は冷却速度 (V_c) によっても変化する。Fig. 9 に 2 パドルの n_p と V_c の測定例を示した。これから $n_p \propto V_c^{0.3}$ で表わされる。

以上のことから、 $n_p (\text{mm}^{-2})$ を近似的に次式で表わすことができる。

Fig. 8 Relations between n_p and ΔR . Fig. 9 Relations between n_p and V_c .

$$n_p = 2.2n^{0.1} \cdot \Delta R^{-0.4} \cdot V_c^{0.3} \quad (8)$$

ここで、 n : 回転数/ s^{-1} , ΔR : クリアランス/ mm , V_c : 冷却速度/ $\text{K} \cdot \text{s}^{-1}$ である。

2. みかけ粘度

試料を攪拌凝固させながら半融スラリーの攪拌トルクを測定した例を、回転子別に試料の固相率 (f_s) の関数として Fig. 10 に示す。ただし、トルク値は液相線温度での溶湯のトルク値を 0 として求め、 f_s は式 (1) により求めた。いずれの回転子の場合もトルクは f_s とともに増加し、特に $f_s=0.2$ 以下ではほとんど 0 であるが、 f_s が約 0.3 以上になると急激に増加する。回転子が 2 パドルと 1 パドルの場合はほぼ類似したトルク- f_s 曲線であり、 $\Delta R=1.5 \text{ mm}$ のときトルクが高い傾向があるが、円柱の場合はこれより低くなっている。このことは、円柱はパドルに比べて表面積が大きく最大せん断歪速度の領域も広いことから、Fig. 3 に示したグリセリンによる N_p - Re 線図では円柱が最大攪拌動力を示している現象とは逆の現象である。

Fig. 11 に、攪拌トルクに及ぼす回転数の影響を f_s の関数として 2 パドルの場合について示した。いずれのクリアランス (ΔR) の場合も、パドルの回転数 (n) が小さいほどすべての f_s でトルクは大きい。これは、グリセリンの場合 (Fig. 3, 式 (3)) で $T=P/n$ には、 $Re \leq Rec$ では $T \propto n$, $Re \gg Rec$ では $T \sim n^2$ であり、いずれにせよ n が大きいほど

Fig.10 Effects of fraction solid (f_s) and clearance (ΔR) on Torque at the rotation speed (n) of 8 s^{-1} .

(a) 2 Paddle, (b) 1 Paddle and (c) Column.

Fig.11 Effects of fraction solid (f_s) and rotation speed (n) on Torque, stirred by the 2 Paddle.

(a) $\Delta R=12.5 \text{ mm}$, (b) $\Delta R=5.0 \text{ mm}$ and (c) $\Delta R=1.5 \text{ mm}$.

T も大きいこととは全く逆の現象である。このことは回転子が円柱の場合についても全く同様であり、円柱の $\Delta R=5 \text{ mm}$, $H=60 \text{ mm}$ のとき $n=2$ および 8 s^{-1} に対するトルクは、 $f_s=0.4$ ではそれぞれ約 $13 \times 10^{-2} \text{ N}\cdot\text{m}$ および $3.5 \times 10^{-2} \text{ N}\cdot\text{m}$, $f_s=0.45$ ではそれぞれ約 $24 \times 10^{-2} \text{ N}\cdot\text{m}$ および $6 \times 10^{-2} \text{ N}\cdot\text{m}$ となった。これらは、Fig.10 の場合も含めて初晶粒子を含む半融スラリーの特異な粘性挙動を示している。

そこで次に、以上の攪拌トルクの測定結果をもとにし

て、前述の Fig.3 を用いて半融スラリーのみかけ粘度を求めた。Fig.12 に、みかけ粘度 (μ) と固相率 (f_s) の関係を回転子別に示した。みかけ粘度もトルクと同様に f_s が約 0.3 以上で急増している。同一回転数ではクリアランスの差はみかけ粘度にほとんど影響せず、2 パドルと 1 パドルの差も小さい。円柱ではパドルよりみかけ粘度が小さくなっており、特に $\Delta R=1.5 \text{ mm}$ の場合には著しく小さい。これは Fig.4 で示したようにルツボ底部に沈殿結晶が生じて回転子周辺の固相率が小さくなったためと考えられる。この影響をなくすため、試料高さ (H) を 60 mm とし、ルツボ底との間隙を 5 mm と小さくした試料について同様に μ を求めた結果を同図中に $\blacklozenge$ 印で示した。この場合には ΔR がより大きい場合とほとんど差がなく、また沈殿結晶も存在しなかった。 $\Delta R=5 \text{ mm}$ の場合のみかけ粘度は $H=60 \text{ mm}$ と $H=70 \text{ mm}$ の場合でほとんど差はなかった。

Fig.13 に、みかけ粘度に及ぼす回転数 (n) の影響を f_s の関数として 2 パドルの場合について示した。みかけ粘度は、いずれのクリアランスの場合も、パドルの回転数が小さいほど全ての f_s 範囲で著しく大きくなっている。この原因は、主として前述のように回転数が小さいほど初晶粒子の複合程度を示すパラメーター $R_n (=n_p/n_p')$ の値が大きいことから、攪拌によって分断された初晶粒子の相互結合が生じて複雑形状の複合粒子を形成しやすく⁽³⁾⁽⁵⁾、その構成粒子の間隙に融液が閉じこめられるため、液相を含む固相量の割合をみかけの固相率 f_s' とすれば、みかけの液相率 ($=1-f_s'$) が単純粒子の場合よりも著しく減少することにより流動抵抗が増大するためと考えられる。

次に、この図より固相率 $f_s=0.4$ と 0.45 における μ を求め、回転数 n との関係を求めたのが Fig.14 の $\bullet$, $\circ$, $\circ$ 印である。いずれの固相率でも μ は ΔR には依存せず、 $\log \mu$ が $\log n$ の増加とともにほぼ同じ割合で減少しており、これらを直線近似すればほぼ $\mu \propto n^{-1.8}$ で表わされる。円柱についての結果も同図に $\blacktriangle$, $\blacktriangle$ 印で示したが、円柱ではパドルに比べて μ の値は少し低いながらも $\mu \propto n^{-1.8}$ で表わされる。

さらに、Fig.12, 13 において μ は f_s の増加とともに著

Fig. 12 Effects of fraction solid (f_s) and clearance (ΔR) on apparent viscosity (μ) at $n = 8 \text{ s}^{-1}$.

(a) 2 Paddle, (b) 1 Paddle and (c) Column.

Fig. 13 Effects of fraction solid (f_s) and rotation speed (n) on apparent viscosity (μ), stirred by the 2 Paddle.

(a) $\Delta R = 12.5 \text{ mm}$, (b) $\Delta R = 5.0 \text{ mm}$ and (c) $\Delta R = 1.5 \text{ mm}$.

しく増加するが、固相率が約 0.25 以上では $\mu = A \exp B f_s$ で近似的に表わされることが知られているので⁽⁴⁾⁽¹⁶⁾, $\log \mu$ と f_s の関係を各パドルの $\Delta R = 5.0 \text{ mm}$ の場合について Fig. 15 に示した。図より、いずれの場合も $\log \mu$ と f_s とはほぼ同じ勾配の直線関係にあり、 $\mu \propto 10^{5.67 f_s}$ で表わされる。従って、 $\mu \propto e^{13 f_s}$ である。

また、 μ は攪拌時の冷却速度 (V_c) にも影響される。Fig. 16 に μ と V_c の関係を測定した例を示す。これよりいずれの f_s についても $\mu \propto V_c^{0.6}$ で表わされる。このように V_c の大きい試料で μ が大きい原因についても、 V_c が大きいほどデンドライト側枝がよく発達して粒子内部に含

Fig. 14 $\log \mu$ vs $\log n$.

Fig. 15 $\log \mu$ vs f_s .

有される融液量が増大するとともに複合粒子も形成しやすいとめと考えられる。

以上より、Al-5%Cu 合金半融スラリーのみかけ粘度 (μ /Pa·s) は近似的に次式で表わすことができる。

Fig. 16 $\log \mu$ vs $\log V_c$.

$$\mu = A \cdot n^{-1.8} \cdot e^{13f_s} \cdot V_c^{0.6} \quad (9)$$

$$A = \begin{cases} 1.8 (\text{パドル}) \\ 0.9 (\text{円柱}) \end{cases}$$

ここに、 n : 回転数/ s^{-1} , f_s : 固相率, V_c : 冷却速度/ $K \cdot s^{-1}$ である。

ここで、 μ を表わす式(9)と n_p を表わす式(8)とを比較すると、 $\mu \propto n^{-1.8}$ (ΔR には依存しない)に対して $n_p \propto n^{0.1} \cdot \Delta R^{-0.4}$ で、全く異なった n および ΔR 依存性を示しており、みかけ粘度 μ と初晶粒子数 n_p の間には相関性は認められない。

むしろ前述のように初晶粒子の複合程度が大きいほどみかけ粘度も増大すると考えられるため、ここでは粒子の複合程度を示すパラメーターである R_n 値、すなわち擬球状粒子数 n_p と複合粒子を含むみかけの粒子数 n'_p との比を、粒子複合比として定義する。ただし、測定断面上に現われた粒子接合部以外の所で粒子が接触している可能性も大きいから、 n'_p 値はみかけの値である。従って、 R_n 値も実際の3次元物体中の値より小さいみかけの値になっているが、粒子の複合程度を示す一つの指標として、ここでは断面上の R_n 値を採用した。

Fig. 17に、粒子複合比 R_n と回転数 n の関係を示した。パドルの場合は実線、円柱の場合は破線で示されるように、 R_n は $\log n$ の増加とともにほぼ直線的に減少することから、次式で近似される。

$$R_n = B - \ln n \quad (10)$$

$$B = \begin{cases} 4.8 (\text{パドル}) \\ 4.6 (\text{円柱}) \end{cases}$$

よって、 R_n は μ と同様に ΔR には依存せず、 n と回転形状のみの関数である。したがって、式(9)において $f_s=0.45$, $V_c=0.027/K \cdot s^{-1}$ とし、さらに式(10)を n について解いて式(9)に代入することにより、冷却速度 $V_c=0.027/K \cdot s^{-1}$ 、固相率 $f_s=0.45$ におけるみかけ粘度($\mu_{0.45}$ とする)と R_n の関係を次式で表わせる。

$$\mu_{0.45} = C \cdot e^{1.8R_n} \quad (11)$$

$$C = \begin{cases} 0.013 (\text{パドル}) \\ 0.009 (\text{円柱}) \end{cases}$$

C の値はパドルと円柱で差が少なく、このことは μ が n , ΔR および回転形状等を問わず主として R_n によって

Fig. 17 R_n vs $\log n$.

決まることを示しており、攪拌時における複合粒子の形成とそれによるみかけの固相率増加が、みかけ粘度と密接に関係することを示している。しかし μ を R_n で整理した場合にも、 μ は回転形状によって若干異なり、この原因としては前述のように円柱回転子では半融スラリーがマクロ的に不均一になりやすいことや円柱表面でのスベリ⁽²⁾等の影響も考えられるが、詳細は不明である。

ここで、従来より知られている固体粒子が分散したグリセリン等の流体の粘度を表わす理論式や実験式のうち、粒子量が多い濃厚な懸濁液に比較的よく合うとされる⁽¹⁵⁾、次のThomas⁽¹⁶⁾の式(12)やRoscore⁽¹⁷⁾の式(13)によれば、等径球粒子の場合の相対粘度 $\eta_r (= \eta/\eta_0)$ (η_0 は溶媒液の粘度)は、例えば固相率(粒子体積率) $f_s=0.45$ ではいずれの式の場合も約10である。

$$\text{Thomas の式: } \eta_r = 1 + 2.5f_s + 10.05f_s^2 + 0.00273e^{16.6f_s} \quad (12)$$

$$\text{Roscore の式: } \eta_r = (1 - 1.35f_s)^{-2.5} \quad (13)$$

よって、融点近傍の熔融Alの粘度が約 $0.5 \times 10^{-2} \text{ Pa} \cdot \text{s}$ ⁽¹⁸⁾程度であることから、固体粒子を45%含むAl融液の粘度はせいぜい $5 \times 10^{-2} \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 程度と予測される。同じ固相率におけるAl-Cu合金半融スラリーの粘度は明らかに約2~3ケタ大きい。式(11)より粒子複合比 R_n の値が1における $\mu_{0.45}$ の値を求めると、約 $7.9 \times 10^{-2} \text{ Pa} \cdot \text{s}$ (パドル)および $5.4 \times 10^{-2} \text{ Pa} \cdot \text{s}$ (円柱)となっており、ほぼ上記の理論式(式(12), (13))の予測値に一致した。従って、互に接合した粒子が多数存在する半融スラリーの場合から、互に接合した粒子がない懸濁液の場合まで、 R_n 値とみかけ粘度 $\mu_{0.45}$ の関係を式(11)で近似できる。

以上のように、合金の半融スラリーにおいては、複合粒子の形成およびそれによる融液のトラップに伴うみかけの固相率増加との関係で、粘性挙動を明らかにすることが重要と考えられる。

なお本研究の一部を文部省科学研究費によったことを記して謝意を表す。

IV. 結 言

Al-5%Cu 合金を一定速度で冷却しながら半溶融状態で回転子により攪拌し、攪拌トルクを測定することにより回転子の形状、回転数、ルツボとのクリアランス、固相率および冷却速度が半融スラリーのみかけ粘度に及ぼす影響を調査した。更に、攪拌凝固途中で試料を急冷してその組織を調査し、以下の結果を得た。

(1) 攪拌装置の特性を示す無次元数である攪拌所要動力数 N_p ($\equiv P g_c / \rho n^3 d^5$) と攪拌レイノルズ数 Re ($\equiv \rho n d^2 / \mu$) との関係は粘度既知のグリセリンを用いて測定することにより、種々の回転子形状 (2 パドル, 1 パドル, 円柱) およびクリアランス ($\Delta R = 1.5, 5.0, 12.5$ mm) の場合の N_p - Re 曲線を $Re \approx 2 \sim 300$ の範囲で求め、これをもとに合金の半融スラリーのみかけ粘度を測定した。

(2) 半融スラリーのみかけ粘度 $\mu / \text{Pa} \cdot \text{s}$ は、回転数 n / s^{-1} 固相率 f_s 、および冷却速度 $V_c / \text{K} \cdot \text{s}^{-1}$ に依存し、 $\mu = A \cdot n^{-1.8} \cdot e^{13f_s} \cdot V_c^{0.6}$ で近似された。定数 A の値はパドルでは 1.8、円柱では 0.9 であった。

(3) 固相率約 46% で急冷した半融スラリー組織中の初晶粒子数 n_p / mm^{-2} は、回転子の形状が 2 パドル, 1 パドル, 円柱でほとんど差はなく、主として回転子とルツボとのクリアランス $\Delta R / \text{mm}$ 、および冷却速度 $V_c / \text{K} \cdot \text{s}^{-1}$ に依存したが、回転数 n / s^{-1} の影響は小さく、近似的に $n_p = 2.2 n^{0.1} \cdot \Delta R^{-0.4} \cdot V_c^{0.3}$ で表わされた。

(4) 上記の μ と n_p の間には相関性は認められず、むしろ n_p と複合粒子を含むみかけの粒子数 n'_p との比 $R_n (= n_p / n'_p)$ の値が大きいほどみかけ粘度 μ は大きくなった。このことは、半融スラリーのみかけ粘度が攪拌時における複合

粒子の形成とそれによるみかけの固相率の増加に影響されることを示している。

文 献

- (1) 千々岩健児, 福岡新五郎: 生産研究, **24** (1972), 61.
- (2) 安江和夫, 小坂岑雄, 磯谷三男: 鋳物, **46** (1974), 36.
- (3) D.B.Spencer, R.Mehrabian and M.C.Flemings: Met. Trans., **3** (1972), 1925.
- (4) P.A.Joly and R.Mehrabian: J.Mat. Sci., **11** (1976), 1393.
- (5) 渋谷明彦, 有原和彦, 中村 泰: 鉄と鋼, **66** (1980), 1550.
- (6) 市川理衛, 三輪謙治: 日本金属学会誌, **42** (1978), 1023.
- (7) 三輪謙治, 市川理衛: 日本金属学会誌, **45** (1981), 853.
- (8) 加山延太郎, 村井香一, 佐藤万企夫, 木口昭二: 鋳物, **47** (1975), 485.
- (9) 木口昭二, 加山延太郎: 日本金属学会誌, **43** (1979), 140.
- (10) 木口昭二, 堀江真也, 加山延太郎: 鋳物, 第 94 回全国講演大会講演概要集, (1978・10 月) .
- (11) W.G.Pfann: J.Metals, **4** (1952), 747.
- (12) M.Hansen: *Constitution of Binary Alloys*, (2nd Ed.), McGraw-Hill Book Company, Inc., (1958), 84.
- (13) 藤田重文, 東畑平一郎: 化学工学 II (機械的操作), 東京化学同人, (1972), 407.
- (14) 化学工学協会編: 化学工学便覧, 丸善, (1978), 1305.
- (15) 平井英二: 化学技術者のためのレオロジー (化学工学シリーズ VI), 科学技術社, (1978), 45-71.
- (16) D.G.Thomas: J.Colloid Sci., **20** (1965), 267.
- (17) R.Roscoe: Brit.J.Appl.Phys., **3** (1952), 267.
- (18) 日本金属学会編: 金属データブック, 丸善, (1974), 14.
- (19) エリ・ランダウ, イエ・リフンツ: 流体力学 1, 東京図書株式会社, (1970), 117-121.