日本金属学会誌 第 49 巻 第 8 号 (1985) 663-669

Al-Cu 合金の粘鋳法における攪拌条件と結晶粒微細化

市川 洌* 石塚 哲* 木下 好司*

J. Japan Inst. Metals, Vol. 49, No. 8 (1985), pp. 663-669

Stirring Conditions and Grain Refinement in Al-Cu Alloys by Rheocasting

Kiyoshi Ichikawa*, Satoshi Ishizuka* and Yoshiji Kinoshita*

An investigation is reported on stirring conditions and grain refinement of Al-Cu alloys including 10, 24 and 30 mass% copper with high ductility at an elevated temperature in the vacuum rheocasting in which the alloy is violently agitated at very high rotation speeds of a stirrer inserted in the solid-liquid coexisting zone. The results are as follows. The average size of primary solid particles in these alloys is consistently decreased with the increase in rotation speed from 20 to 67 rev/s at a cooling rate of about 0.42 K/s. The primary solid particle sizes at 67 rev/s are $90 \pm 29 \mu\text{m}$ in Al-10%Cu, $61 \pm 32 \mu\text{m}$ in Al-24%Cu and $46 \pm 14 \mu\text{m}$ in Al-30%Cu. The primary solid particle is more refined into $41 \pm 12 \mu\text{m}$ in diameter at a stirrer speed of 67 s^{-1} by addition of grain refiners of 0.5%Ti and 0.1%B to Al-24%Cu. It also becomes smaller in the rheocasting of Al-10%Cu and Al-24%Cu alloys in a mold with ribs machined along the face of cylindrical wall. The values of elongation at 773 K are 91% in Al-24%Cu and 71% in Al-30%Cu at an initial strain rate of $1.19 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

(Received January 22, 1985)

Keywords : rheocasting, stir-casting, solidification, solid-liquid coexisting zone, grain refinement, primary solid particle, aluminium-copper alloys, ductility, elongation, elevated temperature tensile test

I. 緒 言

合金材料の均質化を図るために、その凝固過程で機械的な回転攪拌を加えて結晶粒を微細化する方法として、鋳型を回転させることにより、ほぼ溶融材料の鋳型近傍の凝固界面に固定棒を摺動させ、生成結晶を破碎して結晶粒を微細化する鋳型回転スクレーパー法⁽¹⁾や、鋳型を固定し、ほぼ溶融材料の鋳型近傍の凝固界面に攪拌棒を摺動させ、結晶粒を微細化するスクレーパー回転凝固法⁽²⁾、また固液共存状態の材料の中心部に挿入した回転子を回転させて、結晶粒を微細化するレオキャスト法⁽³⁾などが知られている⁽⁴⁾。

しかしこれらの方法では、回転攪拌凝固時において空気の巻き込みを阻止する必要があるために、回転子の回転速度が一定値以下に抑制される⁽⁵⁾という問題があり、その回転速度をさらに高めた超高速回転攪拌による合金材料の結晶粒微細化に関しては未だ研究されていない⁽⁶⁾。

本研究は、超高速回転攪拌による Al-Cu 合金の結晶粒微細化の限界を追求するために、前報⁽⁶⁾では最高回転速度が 23 s^{-1} であった回転子の回転速度を 67 s^{-1} (4000 rpm) にまで上昇させ、超塑性を発現させる程度に結晶粒を微細化し、高温域で高延性を生ずる材料を粘鋳法で創製したものである。

II. 実験方法

本実験に用いた試料は、Al-10, 24 および 30 mass%Cu 合金である。真空溶解した Al-Cu 合金の急速冷却中に挿入した回転子を、その凝固過程で 33 s^{-1} (2000 rpm) 以上の高速回転攪拌させて、生成したデンドライト結晶を破碎し、微細な初晶粒子を晶出させる粘鋳実験装置を Fig. 1 に示す。この装置は、前面に蝶番付開閉扉を持つチャンバー本体が、真空容器を構成し、その内部をエッシリンダーで開閉されるモリブデン製シャッターにより上下に区画して、下方の加熱室内にモリブデン抵抗加熱炉を配置するとともに、上方の冷却室内に、冷却水を連続的に流動させる水冷外筒およびその水冷外筒内に垂直に下した Fig. 2 に示すような断面形状の回転子を設置し、この回転子をトルクモーターで回転駆動するようにしたものである。

この装置では、炉内の黒鉛坩堝中で供試合金を真空溶解した後、炉直上のシャッターを開放して、坩堝支持棒の上下移動を可能にした昇降機構で、上記坩堝を水冷外筒内まで上昇させることにより、溶湯中に回転子を挿入し、冷却室の急冷条件下において半溶融合金を回転攪拌させる。

この回転子を回転させるトルクモーターは、回転子を最高回転速度 75 s^{-1} まで高速化させることができる。トルクおよび回転速度は、回転軸につけた (株) 小野 測器製の SS

* 工業技術院機械技術研究所 (Mechanical Engineering Laboratory, Agency of Industrial Science and Technology, Sakura-mura, Ibaraki)

Fig.1 Experimental apparatus for superstirring in vacuum ; 1: Hermetic seal. 2: Temperature control. 3: Air cylinder. 4: Shaft seal. 5: Temperature measurement. 6: Sight port. 7: Oil seal. 8: Magnetic seal. 9: Ball bearing. 10: Rotor axis. 11: Reflector. 12: Stirrer axis. 13: Water-cooling box. 14: Stirrer. 15: Automatic shutter. 16: Graphite crucible. 17: Molybdenum furnace. 18: Chamber. 19: Crucible support.

Fig.2 Shapes of mold and stirrer used in the present work.

型トルク検出器および MD-981 型回転検出器に直結した TS-200 型デジタル表示器で同時に測定し、TS-200 型表示器に接続した 2 台の RQ-371 型デジタルプリンターで記録できる。また温度測定は、黒鉛坩堝側壁中央部にその先端を設定した直径 0.6 mm ϕ CA 熱電対と、それに接続した微小直流電圧計、電子式自動平衡記録計およびデジタルマルチメーターで行うことができる。

実験操作としては、チャンバー内を 1×10^{-3} Pa 以下に真空排気後、チャンバー下部の加熱炉内坩堝中に入れた供試合金約 0.5 kg を加熱溶解し、溶湯を 1100 K で 1800 s 間均質化保持した後、炉直上のシャッターを開放して、坩堝昇降機構により溶湯を上昇させ、水冷外筒内で溶湯中に回転子を挿入し、回転子の下端を坩堝内壁底部の 0.01 m 直

上の位置で停止させた。その後、回転子を回転速度 9 s^{-1} で低速回転させて、溶湯急冷過程における溶融合金の組成および温度の均一化を凝固開始まで持続した。その間、上記装置に付設した電子式自動平衡記録計に連続記録中の冷却曲線によって凝固開始を監視し、その凝固開始を確認した時点で、回転子の回転速度の上昇を始め、10 s 以内に 20, 33, 50 および 67 s^{-1} の 4 段階の一定速度に保持した。その際、回転搅拌の急激な高速化に伴う半溶融合金の坩堝外への飛び散りを極力防止するために、回転数の増加速度を一定に保持した。その後、上記一定速度で回転搅拌を続行し、自動平衡記録計の冷却曲線とデジタル表示器のトルク値より凝固の終了を確認して、坩堝昇降機構で供試合金を 0.1 m ほど下降させ、回転子と供試合金の溶着を防止した。

さらに、結晶粒の微細化を狙って、通常の坩堝の内壁に Fig.2(b) に示すような幅 0.08 m、奥行 0.05 m の角形切り込みをつけた坩堝を用いて、回転子の回転速度 67 s^{-1} で高速回転搅拌凝固させ、初晶粒子径に及ぼす鋳型形状の影響を調べた。また同様に、結晶粒をより一層微細化する目的で、結晶粒微細化剤 Ti と B を、低濃度量として 0.04 および 0.005 mass%⁽⁷⁾、また高濃度量として 0.5 および 0.1 mass%⁽⁸⁾ ほど、Al-Cu 合金に添加して、同合金の 67 s^{-1} 高速回転搅拌凝固における初晶粒子径に及ぼす結晶粒微細化剤の影響を調べた。

このようにして得られた粘鋳合金塊を切断して、光学顕微鏡および走査電子顕微鏡により、その頭部、中央部および底部の横断面の組織観察を行い、撮影したマイクロ組織写真を基に画像処理装置で初晶粒子径を算出した。

それと同時に、粘鋳合金塊から Fig.3 に示すような引張試験片を切り出し、最終的に内部応力の除去を目的として、773 K に 3600 s 間加熱保持の均質焼なまし処理をした後空冷し、引張試験を行った。引張条件は、試験温度 773 K、初期ひずみ速度 $1.19 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ を採用した。また高温引張試験直前に 773 K で 2400 s 間加熱保持の均質化処理を施した。

Fig.3 Size and shape of test piece used in the present work.

III. 実験結果および考察

1. 見掛けの粘性流動

真空溶解した Al-10%Cu, Al-24%Cu および Al-30%Cu 合金を水冷外筒内において、約 0.42 K/s の冷却速度で連

続冷却中に、溶湯に挿入した回転子を凝固開始から凝固終了温度まで、回転速度検出器に直結したデジタル表示器で回転速度が 33, 50 あるいは 67 s^{-1} の一定速度になるように監視しながら回転させ、トルク検出器に接続したデジタルプリンターで時間経過に伴うトルク変化を記録した。そこで、各合金の高速回転攪拌凝固中に回転子へかかるトルクに及ぼす回転子の回転速度の影響を、凝固開始からの時間経過において比較した。その結果の一例として、高速回転攪拌した Al-10%Cu 粘 casting 合金の凝固開始からの時間経過に伴うトルク変化を Fig. 4 に示す。これによると、回転子の回転速度が大きいく程、デンドライト結晶が破碎されて生成した初晶粒子は、その連係性を失い、残存液相中で個々に独立した懸垂状態を維持するので、トルク値は凝固後半まで低い値を保ち続ける傾向が観察される。

Al-24%Cu および Al-30%Cu 合金の 33 と 50 s^{-1} 回転攪拌凝固では、凝固進行に伴うトルク値の上昇傾向は同一条件の Al-10%Cu 合金ほど顕著ではない。また 67 s^{-1} 回転攪拌凝固中の Al-24%Cu と Al-30%Cu 合金のトルク値

Fig. 4 Variation in torque during rotation of stirrer at speeds in the range from 33 to 67 s^{-1} observed from the start of solidification in Al-10%Cu alloy.

Fig. 5 Variation in torque during rotation of stirrer at a speed of 50 s^{-1} observed from the start of solidification in Al-10%Cu, Al-24%Cu and Al-30%Cu alloys.

レベルは 0.22 および $0.24 \text{ N}\cdot\text{m}$ と、Al-10%Cu 合金の $0.06 \text{ N}\cdot\text{m}$ (Fig. 4 参照) に比べて高く、初期溶質銅濃度の上昇に伴うトルク値レベルの上昇が観察される。

次に回転子の回転速度の一定条件において、回転子へかかるトルクに及ぼす Al-Cu 粘 casting 合金の溶質銅濃度の影響を調べた。その結果の一例として、回転速度 50 s^{-1} で高速回転攪拌凝固した Al-Cu 合金の凝固開始からの時間経過に伴うトルク変化を Fig. 5 に示す。これによると、溶質銅濃度の増加 (10→30%Cu) とともに、トルク値レベルの上昇が一目瞭然になる。また、同合金の回転速度 33 および 67 s^{-1} の高速回転攪拌凝固においても、溶質銅濃度の増大に伴うトルク値レベルの上昇傾向が見られた。

2. 粘 casting 合金のミクロ組織

真空溶解した Al-10%Cu, Al-24%Cu および Al-30%Cu 合金を水冷外筒内に移し、冷却速度が約 0.42 K/s の急冷条件において、20, 33, 50 および 67 s^{-1} の回転速度で凝固開始から終了温度まで回転攪拌を続行して創製した粘 casting 合金のミクロ組織を顕微鏡観察した。その結果の一部として、Fig. 6 に Al-24%Cu 合金の回転速度 $20\sim 67 \text{ s}^{-1}$ の高速回転攪拌凝固、また Fig. 7 には Al-30%Cu 合金の回転速度 $33\sim 67 \text{ s}^{-1}$ の高速回転攪拌凝固における走査電子顕微鏡写真を示す。これによると、両合金とも、回転子の回転速度の増大とともに、デンドライト結晶が回転攪拌による流体流動の剪断作用を受けて崩壊し、生成した初晶粒子の直径の減少傾向が見られる。

Al-24%Cu 粘 casting 合金では、Vogel ら⁽⁵⁾の低速回転攪拌凝固や前報⁽⁶⁾で観察された薔薇花形の初晶粒子は全く見られず、回転速度の上昇につれて、明確な球状形態を示すようになる。画像処理で求めた同合金の初晶粒子径は、回転子の回転速度 20 s^{-1} で $94\pm 34 \mu\text{m}$, 33 s^{-1} で $87\pm 28 \mu\text{m}$, 50 s^{-1} で $75\pm 30 \mu\text{m}$ および 67 s^{-1} で $61\pm 32 \mu\text{m}$ であり、回転子の回転速度の増大に伴う初晶粒子の微細化傾向が顕著に見られる。

Al-30%Cu 粘 casting 合金においても、デンドライト結晶が強烈な回転攪拌作用を受けて破碎し、生成した初晶粒子が回転子の回転速度の上昇に従って、不規則形態から球状形態へ推移する過程が、初晶粒子の微細化傾向とともに観察される。同合金の初晶粒子径は、回転子の回転速度 33 s^{-1} で $54\pm 19 \mu\text{m}$, 50 s^{-1} で $52\pm 21 \mu\text{m}$ および 67 s^{-1} で $46\pm 14 \mu\text{m}$ である。また、回転子の回転速度が 50 s^{-1} 以上で高速回転攪拌凝固した Al-30%Cu 合金には、板状の θ 相が出現しているのが見られる。

一方、凝固区間が比較的大きい Al-10%Cu 粘 casting 合金では、回転子の回転速度の上昇とともに、初晶粒子の粗大化および合体に打ち勝って、初晶粒子が微細化する傾向が観察される。同合金の初晶粒子径は、回転子の回転速度 33 s^{-1} で $101\pm 31 \mu\text{m}$, 50 s^{-1} で $98\pm 34 \mu\text{m}$ および 67 s^{-1} で $90\pm 29 \mu\text{m}$ である。

Fig.6 Microstructures of Al-24%Cu alloy superstirred at rotation speeds in the range from 20 to 67 s⁻¹: (a) 20 s⁻¹, (b) 33 s⁻¹, (c) 50 s⁻¹ and (d) 67 s⁻¹.

3. 回転子の回転速度と初晶粒子径

Fig.1 の粘鋳実験装置で Al-10%Cu, Al-24%Cu および Al-30%Cu 合金を真空溶解し、炉直上の水冷外筒内において、約 0.42 K/s の冷却速度で急冷中に、凝固開始から回転子を回転速度 20~67 s⁻¹ で回転させ、各合金の初晶粒子径に及ぼす回転子の回転速度の影響を調べた。その結果の一例として、Al-24%Cu 粘鋳合金における回転子の回転速度と初晶粒子径との関係を Fig.8 に示す。これによると、回転子の回転速度の増加とともに、初晶粒子径はほぼ直線的に減少し、明らかな結晶粒微細化傾向が観察される。

この線形関係をさらに高い回転速度領域に外挿すると、回転子の回転速度が 120 s⁻¹ 以上で、初晶粒子径が 10 μm 以下に突入することが予測される。また同図 (Fig.8) には、前報⁽⁶⁾で示した同組成合金の冷却速度が遅い 0.07 K/s の回転搅拌凝固における回転子の回転速度と初晶粒子径との関係を併記する。これにより Fig.8 から、Al-24%Cu 粘鋳合金の初晶粒子径を支配するもう一つの主因、すなわち溶湯の冷却速度の影響を確認することもできる。

上述のように、Al-24%Cu 合金の高速回転搅拌凝固域においては、回転子の回転速度の上昇による初晶粒子の著

しい微細化傾向が観察される。しかし、Al-10%Cu および Al-30%Cu 粘鋳合金の初晶粒子径は、Fig.8 に示されるように、Al-24%Cu 粘鋳合金の場合と異なり、高速回転搅拌凝固域における初晶粒子の微細化傾向はゆるやかとなる。それは、Al-10%Cu 合金では凝固区間が平衡値で 80 K⁽⁹⁾ と大きいので、初晶粒子が粗大化および合体しやすく、また Al-30%Cu 合金では初晶粒子と共晶の量比が平衡値で 1:9⁽⁹⁾ と、初晶粒子量が少ないので、回転搅拌効果が十分及ばないまま、共晶の生成を迎えることに起因していると考えられる。

4. 鋳型形状の影響

Fig.2 (b) に示すような内壁に角形切り込みをつけた坩堝中で真空溶解した Al-Cu 合金を、水冷外筒内において約 0.42 K/s の冷却速度で急冷し、凝固開始から連続冷却中に、本実験最高回転速度 67 s⁻¹ で回転搅拌を続行し、そのまま凝固を終了させた粘鋳合金塊の頭部、中央部および底部の横断面を光学および走査電子顕微鏡で組織観察した。その結果として、67 s⁻¹ 回転搅拌凝固した Al-24%Cu 粘鋳合金塊の中央部の極低倍率の結晶組織を Fig.9 に示す。この他に同合金塊の頭部および底部の組織観察をした結

Fig.7 Microstructures of Al-30%Cu alloy superstir-cast at rotation speeds in the range from 33 to 67 s^{-1} : (a) 33 s^{-1} , (b) 50 s^{-1} and (c) 67 s^{-1} .

Fig.8 Relation between average size of primary solid particles and stirrer speed in Al-10%Cu, Al-24%Cu and Al-30%Cu superstir-cast alloys.

Fig.9 Macrostructure of Al-24%Cu alloy superstir-cast at a rotation speed of 67 s^{-1} into such a mold as shown in Fig.2(b).

Fig.10 Microstructures of Al-Cu alloys superstir-cast at a rotation speed of 67 s^{-1} into such a mold as shown in Fig.2(b); (a) Al-10%Cu and (b) Al-24%Cu.

果、粘 鋳 合 金 塊 全 体 が ほ ぼ 均 質 性 を 示 す こ と が 認 め ら れ た。また、Fig.10(a)に Al-10%Cu 粘 鋳 合 金 の 光 学 顕 微 鏡 組 織 写 真 を、Fig.10(b)に は Al-24%Cu 粘 鋳 合 金 の 走 査 電 子 顕 微 鏡 写 真 を 示 す。これによると、Al-10%Cu 粘 鋳 合 金 に お い て は、初 晶 粒 子 径 が $72 \pm 26 \mu\text{m}$ であり、通常 の 鋳 型 を 用 い た 同 条 件 の 粒 径 $90 \pm 29 \mu\text{m}$ に 比 べ、初 晶 粒 子 が 可 成 り 微 細 化 し、本 鋳 型 形 状 の 回 転 攪 拌 効 果 の 向 上 を 認 め る こ と が で き る。また Al-24%Cu 粘 鋳 合 金 の 初 晶 粒 子 径 は、 $65 \pm 18 \mu\text{m}$ であり、通常 の 鋳 型 で の 同 条 件 の 粒 径 $61 \pm 32 \mu\text{m}$ に 比 べ、標 準 偏 差 が 著 し く 改 善 さ れ、初 晶 粒 子 径 の バ ラ ツ キ が 少 な く な っ て い る。

5. 結晶粒微細化剤の影響

Fig.1 の 粘 鋳 実 験 装 置 を 用 い、ア ル ミ ニ ウ ム 合 金 の 結 晶 粒 微 細 化 効 果 が 期 待 さ れ る Ti と B を 添 加 し て、真 空 溶 解 し た Al-Cu 系 合 金 を、水 冷 外 筒 内 に お い て 約 0.42 K/s の 冷 却 速 度 で 急 冷 し、凝 固 開 始 か ら 終 了 ま で の 連 続 冷 却 中 に 回 転 子 の 回 転 速 度 67 s^{-1} で 回 転 攪 拌 を 続 行 し た。こ の 実 験 で は、本 来 生 成 す べ き デ ン ド ラ イ ト 結 晶 自 体 を、機 械 的 に

Fig.11 Microstructures of Al-24%Cu alloy superstirred at a rotation speed of 67 s^{-1} with addition of grain refiners; (a) 0.04%Ti and 0.005%B, and (b) 0.5%Ti and 0.1%B.

破 碎 す る 前 に、添 加 剤 で 化 学 的 に 微 細 化 す る こ と を 意 図 し て い る。

ア ル ミ ニ ウ ム 合 金 の 結 晶 粒 微 細 化 剤 に 関 し て は、ソ 連 の 文 献⁽⁷⁾に、 $0.03 \sim 0.05\%$ Ti と 0.0005% B の 添 加 に よ り、2 倍 以 上 結 晶 粒 微 細 化 を 促 進 し た と す る 報 告 が あ り、ま た Pearson と Birch⁽⁸⁾は、結 晶 粒 微 細 化 剤 を 科 学 的 に 選 択 す る 基 準 を 調 べ、チ タ ン が 最 高 0.24% ま で の 添 加 量 で、Ti:B 比 が 5:1 を 最 適 基 準 と す る 実 験 事 実 を 得 て い る。そ こ で 本 実 験 で は、低 濃 度 側 で 0.04% Ti と 0.005% B 値、ま た 高 濃 度 側 で Pearson ら の 結 晶 粒 径 - 濃 度 曲 線⁽⁸⁾ を 外 挿 し た 0.5% Ti と 0.1% B 値 の 2 種 類 を 採 用 し た。

こ の よ う に し て 得 ら れ た 粘 鋳 合 金 塊 の 中 央 部 の 横 断 面 を 切 断 し て、顕 微 鏡 観 察 し た。そ の 代 表 例 と し て、Al-24% Cu 粘 鋳 合 金 の ミ ク ロ 組 織 を Fig.11 に 示 す。Fig.11(a) は、低 濃 度 添 加 量 (Ti: 0.04% , B: 0.005%) に お け る 結 晶 組 織 で あ る。こ の 合 金 の 初 晶 粒 子 径 は、 $60 \pm 22 \mu\text{m}$ である。ま た Fig.11(b) は、高 濃 度 添 加 量 (Ti: 0.5% , B: 0.1%) に お け る 結 晶 組 織 で、こ の 初 晶 粒 子 径 は $41 \pm 12 \mu\text{m}$ である。前 述 の Al-24%Cu 合 金 の 67 s^{-1} 回 転 攪 拌 凝 固 で は、初 晶 粒 子 径 が $61 \pm 32 \mu\text{m}$ である の で、結 晶 粒 微 細 化 剤 の 添 加 量 に 比 例 し て、初 晶 粒 子 の 微 細 化 お よ び 均 一 化 が 促 進 さ れ る こ と が 確 認 さ れ る。

6. 粘鋳合金の高温引張挙動

Fig.1 の 粘 鋳 実 験 装 置 で 真 空 溶 解 し た Al-Cu 合 金 を、水 冷 外 筒 内 に お い て 約 0.42 K/s の 冷 却 速 度 で 急 冷 し、凝 固 開 始 か ら 連 続 冷 却 中 に、回 転 子 の 回 転 速 度 が $20 \sim 67 \text{ s}^{-1}$ の 範 囲 の 一 定 速 度 で 回 転 攪 拌 を 続 行 し、そ の ま ま 凝 固 を 完 了 さ せ た。こ の よ う に し て 得 ら れ た 粘 鋳 合 金 塊 か ら、機 械 加 工 で Fig.3 に 示 す よ う な 引 張 試 験 片 を 作 製 し、引 張 試 験 機 で こ の 試 験 片 の 高 温 に お け る 引 張 挙 動 を 調 べ た。引 張 条 件 は、試 験 温 度 を 773 K 、初 期 ひ ず み 速 度 を $1.19 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ と し た。そ の 結 果、Al-24%Cu 粘 鋳 合 金 に お い て、 33 s^{-1} 回 転

Fig.12 Relation between true stress and true strain in Al-24%Cu alloy superstirred at a rotation speed of 33 or 67 s^{-1} and in Al-30%Cu alloy at a rotation speed of 33 s^{-1} .

攪拌凝固で 71%, 67 s^{-1} 回転攪拌凝固では 91% の伸びを, また Al-30%Cu 粘鋳合金の 33 s^{-1} 回転攪拌凝固で 71% の伸びを得ることができた. これらの真応力-真歪曲線を Fig. 12 に示す. この実験結果によると, 回転子の回転速度を上昇させるにつれて, 延性も向上することが確認される.

IV. 結 言

粘鋳法により高延性材料を製造するために, 真空溶解した Al-Cu 合金 (Al-10, 24 および 30 mass%Cu) を, 約 0.42 K/s の冷却速度で急冷し, 凝固開始から連続冷却中に, 回転子の回転速度が $20\sim 67\text{ s}^{-1}$ の範囲の一定速度で回転攪拌を続け, そのまま凝固を終了させた. その際, デンドライト結晶が破碎されて生成した初晶粒子径に及ぼす回転子の回転速度, 鋳型形状, 結晶粒微細化剤および回転攪拌凝固中の粘性流動の影響を調べた. またこうして得られた粘鋳合金の高温引張挙動から, 高延性を検証した.

その結果を要約すると, 次のようになる.

(1) Al-10%Cu, Al-24%Cu および Al-30%Cu 合金の高速回転攪拌凝固において, 回転子の回転速度の増加とともに, 回転子が受けるトルク値は, 時間経過に伴う上昇が鈍化し, 本実験最高回転速度 67 s^{-1} では凝固中はほぼ一定レベルを保ち続ける傾向が観察された. また同合金の初期溶質銅濃度が増加するにつれて, 凝固初期のトルク値レベルに上昇傾向が見られた.

(2) Al-10%Cu, Al-24%Cu および Al-30%Cu 粘鋳合金の結晶組織には, 低速回転攪拌凝固に観察される薔薇花形の初晶粒子は全く見られず, 回転子の回転速度の上昇につれて, 初晶粒子の微細化および球状化の傾向が見られた.

(3) Al-10%Cu, Al-24%Cu および Al-30%Cu 粘鋳合金の初晶粒子径は, 回転子の回転速度 33 s^{-1} で 101 ± 31 , 87 ± 28 および $54\pm 19\text{ }\mu\text{m}$, 50 s^{-1} で 98 ± 34 , 75 ± 30 および $52\pm 21\text{ }\mu\text{m}$, また 67 s^{-1} で 90 ± 29 , 61 ± 32 および 46 ± 14

μm である. 鋳壁に角形切り込みをつけた鋳型中で 67 s^{-1} 回転攪拌凝固させた Al-10%Cu および Al-24%Cu 合金の初晶粒子径は, 72 ± 26 および $65\pm 18\text{ }\mu\text{m}$ である. さらに結晶粒微細化剤を添加した Al-24%Cu-0.04%Ti-0.005%B および Al-24%Cu-0.5%Ti-0.1%B 合金の 67 s^{-1} 回転攪拌凝固における初晶粒子径は, 60 ± 22 および $41\pm 12\text{ }\mu\text{m}$ である.

(4) Al-24%Cu 合金の 33 と 67 s^{-1} および Al-30%Cu 合金の 33 s^{-1} 回転攪拌凝固材は, 試験温度 773 K , 初期ひずみ速度 $1.19\times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ の引張条件下で, 71, 91 および 71% の伸びを示した.

終りに, この研究は, 通商産業省工業技術院の次世代産業基盤技術研究開発制度に基づく「高性能結晶制御合金の研究開発」の一環として行われたものであり, 本研究を御支援いただいた機械技術研究所次長 島村昭治博士に深甚なる謝意を表します.

文 献

- (1) 萩原 巖, 高橋忠義: 日本国特許, 特許出願公告 (昭 38-1858).
- (2) 萩原 巖, 高橋忠義: 日本金属学会誌, **29** (1965), 637.
- (3) 市川 洵: 塑性と加工, **25** (1984), 961.
- (4) 市川 洵: 第 2 回次世代産業基盤技術シンポジウム-金属・複合材料技術-予稿集, (財) 日本産業技術振興協会・(財) 次世代金属・複合材料研究開発協会, (1984), 267.
- (5) A. Vogel, R. D. Doherty and B. Cantor: *Solidification and Casting of Metals*, The Metals Society, London, (1979), 518.
- (6) 市川 洵, 木下好司, 島村昭治: 日本金属学会誌, **48** (1984), 626.
- (7) В. С. Шипилов, С. П. Молодчина и Л. М. Кофман: *Tsvetn. Met.*, (1981), 11, 40.
- (8) J. Pearson and M. E. Birch: *J. Metals*, **31** (1979), 11, 27.
- (9) M. Hansen: *Constitution of Binary Alloys*, McGraw-Hill Book Company, New York, (1958), 85.