

剪断冷却ロール法による半凝固金属製造技術

新出 司*・村上 洋*²・廣中 一聡*³・内村 光雄*⁴・平居 正純*⁵・難波 明彦*⁶

Technology for Producing Semi-solid Metal by Shearing and Cooling Roll Method

Tsukasa SHINDE, Hiroshi MURAKAMI, Kazutoshi HIRONAKA, Mitsuo UCHIMURA, Masazumi HIRAI and Akihiko NANBA

Synopsis : Semi-solid processing is believed to be effective at improving the quality of various properties of the materials that are processed, i. e., reduction of segregation, surface crack, porosity, etc. To realize these improvements, it will be necessary to produce semi-solid metal slurry with a high fraction solid and fine primary particles. A basic study was carried out in order to produce semi-solid metal having high fraction solid at high cooling rate. The study used shearing and cooling roll method to examine the controllability of the discharge velocity of semi-solid metal, the fraction solid, the solidified structure, and the quality of the semi-solid metal slurry. The results of the study have clarified the following points.

- 1) The discharge velocity of semi-solid metal slurry can be controlled by changing the clearance of the discharge port and the number of revolutions of the roll, thereby making it possible to produce slurry with a desired fraction solid.
- 2) Slurry with a high fraction solid (greater than 0.3) and very fine primary particles can be produced.
- 3) The conditions necessary for producing fluid slurry with a high fraction solid have been clarified.

Key words : segregation ; semi-solid metal ; cooling ; shearing ; fraction solid ; solidified structure ; fine primary particles ; semi-solid processing.

1. 緒言

金属の凝固過程で攪拌して固相と液相が混在する半凝固金属を製造し、また、その鋳造や加工を行うプロセスについては多くの研究者によって研究されている¹⁻³⁾。半凝固金属製造法には、機械攪拌法^{4,5)}、電磁攪拌法^{6,7)}や剪断冷却ロール法^{8,9)}が知られているが、機械攪拌法や電磁攪拌法は冷却槽に凝固シェルが成長するため、抜熱速度に限界があり、初晶粒径の細かな半凝固金属を製造することは困難であるといわれている。一方、剪断冷却ロール法は①スクレーパーによりロール表面に成長した半凝固金属の凝固シェルを切削できるため、シェル成長の問題がなく、高冷却速度が達成できる。②ロール回転によって高固相率の半凝固金属の排出が促進される、③ロールと固定板との隙間を小さくすることによって高冷却速度と高剪断歪速度が達成できるなどの特徴を有し、微細初晶粒で高固相率の半凝固金属の製造が可能である。

本研究では、低融点及び高融点金属を用いて剪断冷却ロ

ール法により半凝固金属の製造実験を行い、排出速度の制御性、スラリーの固相率、凝固組織及び品質について検討した。

2. 実験装置

剪断冷却ロール式高融点半凝固金属製造実験装置をFig. 1に示す。ロールスリーブ材質は、高耐熱性と緩冷却化を目的にSUS403を使用し、また、内部水冷構造にした。固定板及びサイド板での凝固シェルの成長を防止するため、ヒーターにより最大2073Kまで加熱できる構造になっている。また、ロール/サイド板隙間からの溶湯漏れを防止するため、エアシリンダーでサイド板をロール側面に任意の圧力で押し付けることができる。スライディングゲート(SG)は電動モーターで開閉できる構造となっており、実験中に排出口隙間を変えて半凝固金属の排出速度を制御できる。なお、スクレーパーも電動モーターで隙間調整できる構造になっている。

平成7年12月18日受付 平成8年3月4日受理 (Received on Dec. 18, 1995; Accepted on Mar. 4, 1996)

- * (株)レオテック (現:NKK(株)京浜製鉄所) (Rheo-Technology Ltd., now Keihin Works, NKK Corp., 1-1 Minamiwatarida-cho Kawasaki-ku Kawasaki 210)
- * 2 (株)レオテック (現:NKK(株)福山製鉄所) (Rheo-Technology Ltd., now Fukuyama Works, NKK Corp.)
- * 3 (株)レオテック (現:日本冶金工業(株)川崎製造所) (Rheo-Technology Ltd., now Kawasaki Plant, Nippon Yakin Kogyo Corp.)
- * 4 (株)レオテック (現:新日本製鐵(株)君津技術研究部) (Rheo-Technology Ltd., now Kimitsu R&D Lab., Nippon Steel Corp.)
- * 5 (株)レオテック (現:太平洋金属(株)八戸製造所) (Rheo-Technology Ltd., now Hachinohe Plant, Taiheiyō Metal Corp.)
- * 6 (株)レオテック (現:Lafarge Fondu International) (Rheo-Technology Ltd.)

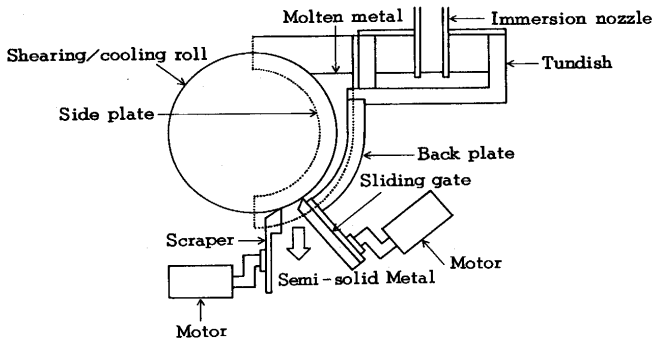


Fig. 1. High melting point semi-solid metal producing device (Shearing/cooling roll method).

3. 実験方法

実験条件をTable 1に示す。溶湯素材は、100～550kgのCu-8mass%Sn合金を使用した。サイド板をロール側に押し付けて隙間を極力0.2mm以下に設定しておく。また、ロール/SG、スクレーパーの隙間はあらかじめ所定の隙間に設定しておいた。タンディッシュ(TD)、固定板、サイド板はヒーターにより充分予熱し、ロールのみ予熱時から冷却水を流して冷却した。

所定温度に達した溶湯は、浸漬ノズル及びTDを介してロール/固定板間に注湯し、TDからオーバーフローさせて溶湯ヘッドを一定に制御した。溶湯は、ロールを所定の回転数で回転させながら冷却し、排出速度は排出口の隙間を変えることで制御して目標の固相率の半凝固金属を製造した。なお、スクレーパーは実験中は開閉せず、ロール/スクレーパーの隙間を一定の条件で行った。

TD内及びスクレーパー直下の溶湯温度測定はRシース熱電対で測定し、また、半凝固金属の排出速度は排出重量をロードセルで測定し、それを時間微分することによって算出した。排出固相率は事前に実測した液相線及び固相線温度で補正した平衡状態図上から、Lever ruleによって算出した。

4. 実験結果と考察

4.1 排出速度制御性

排出速度に及ぼすロール回転数とSGによる排出口隙間の影響を検討した。ロール回転数の影響は排出口隙間が一定の条件でロール回転数を4.1から2.6s⁻¹まで変化させた実験により、SG排出口隙間の影響はロール回転数一定の条件でSGで排出口隙間を3から2mmで変化させた実験により測定した。Fig. 2にCu-8mass%Sn合金の場合のロール回転数と排出速度の関係を示す。図中に下記に示す(1)式及び(2)式¹⁰⁾で排出口隙間別に計算した曲線も示している。計算値と実測値はよく一致しており、(1)式及び(2)式¹⁰⁾の計算式で排出速度の推定が可能であり、排出口隙間とロール回転数

Table 1. Experimental conditions.

Molten metal	Composition Weight Pouring temperature	Cu-8mass% Sn 100～500kg 1343K
Roll	Rotational velocity Gap of sliding gate Gap of scraper Gap of side plate	0.53～5s ⁻¹ 1～30mm 0.7～3.0mm 0.1～0.2mm
Back plate	Preheating temperature	1423K
Side plate	Preheating temperature	1423K

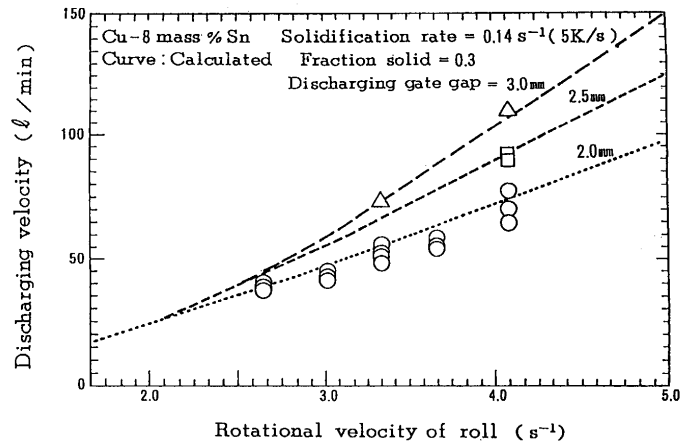


Fig. 2. Relationship between rotational velocity of roll and discharging velocity of semi-solid metal (Cu-8 mass% Sn).

でほぼ排出速度がコントロールできると考えられる。

$$\begin{aligned}
 \text{排出速度} Q &= \text{ロール回転による流量} Q_r \\
 &+ \text{ヘッドによる流量} Q_h \\
 &= r \cdot rps \cdot \pi \cdot h_2 \cdot b \\
 &+ \frac{b \cdot (h_1 \cdot h_2)^2 (\rho \cdot g \cdot H)}{(6 \cdot \eta \cdot l) (h_1 + h_2)} \dots \dots \dots (1)
 \end{aligned}$$

ここで、r：ロール半径(m)、rps：ロール回転数(s⁻¹)、b：排出口幅(m)、h₁：ロール高さ中心におけるロール/固定板隙間(m)=h₂×2、h₂：排出口隙間(m)、ρ：流体の密度(kg/m³)、g：重力加速度(m/s²)、H：ヘッド高さ(m)
η：流体のみかけ粘度(Pa・s)、l：ロール高さ中心から排出口までの流路長さ(m)

ロール回転による流量Q_rは、排出口隙間において、ロール側で回転速度と等しく固定板側で速度零でその間を直線速度勾配でスラリーが排出されるとして計算した。

$$\eta = \eta_L \left\{ 1 + \frac{\alpha C^{1/3} \gamma^{-1.5}}{2 \left(\frac{1}{f_s} - \frac{1}{0.72 - \beta C^{1/3} \gamma^{-1/3}} \right)} \right\} \dots \dots \dots (2)$$

ここで、η_L：合金液相のみかけ粘度(Pa・s)、C：固化速度、

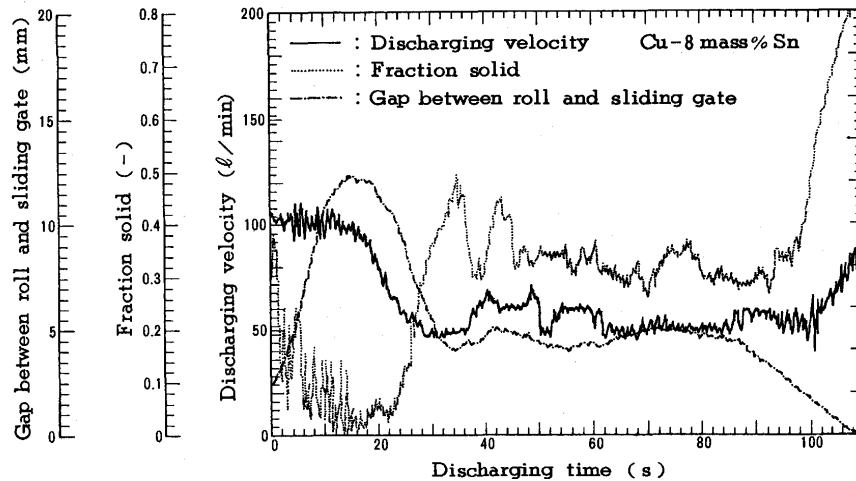


Fig. 3. Change of discharging velocity, fraction solid and gap between roll and sliding gate (Cu-8 mass% Sn).

$\Delta f_s/t (/s)$, γ : 排出口出口における剪断歪速度 (/sec) = $2 \times (2 \times \pi \times \text{rps}) \times \{r \times (r + h_2)\} / (h_2^2 + 2 \times r \times h_2)$, f_s : 半凝固金属の固相率 (-), α, β : 定数

4・2 排出固相率

Cu-8mass%Sn合金実験時の排出速度, 固相率, ロール/SG隙間の経時変化をFig. 3に示す。ロール回転数 $3.3s^{-1}$ 一定で, SGを徐々に閉じてロール/SG隙間を4mmにして排出速度を40l/minに制御した結果, 固相率は0.45程度まで上昇しスラリーは流動性を失いフレック状になった。しかし, その直後SGを開きロール/SG隙間を5mmにして排出速度を50 l/minに制御した結果, 固相率0.3程度のスラリーがフレック状にならず連続的に排出できた。

目標固相率のスラリーは, ロール回転数あるいは排出口隙間を変えて排出速度を制御することで製造することが可能である。

4・3 排出スラリーの凝固組織

排出スラリーは初晶粒を組織固定するため, 1mm厚及び2mm厚の銅製スリット状鑄型で採取して急冷し組織調査した。初晶粒径及び初晶粒面積率の測定は, 画像解析装置によって行った。画像解析で求めた初晶粒径から, サンプル採取時のスラリー中の初晶粒が, 共晶点に達するまでに新たな結晶核発生なしに単純成長すると仮定して, (3)式により換算粒径を求めた。

$$d = d_0 \times (f_{se}/f_s)^{1/3} \dots\dots\dots (3)$$

ここで, d : 換算粒径, d_0 : 測定した初晶粒径, f_{se} : 共晶点における固相率, f_s : サンプル採取時の固相率

排出スラリーの急冷組織をFig. 4に剪断歪速度と換算粒径の関係(Cu-8mass%Sn)をFig. 5に示す。初晶粒の換算粒径は剪断歪速度を増大させても14~25 μm で, 剪断歪速度に対する依存性は認められない。冷却速度と換算粒径の関係(Cu-8mass%Sn)をFig. 6に示す。換算粒径は冷却速度に対して

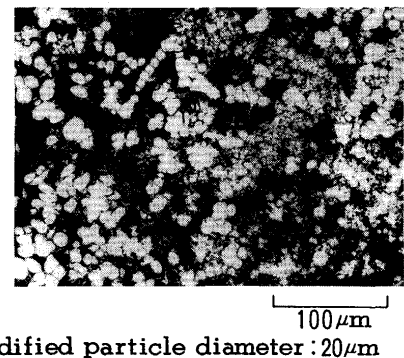


Fig. 4. Frozen microstructure of slurry produced by shearing/cooling roll method (Cu-8 mass% Sn).

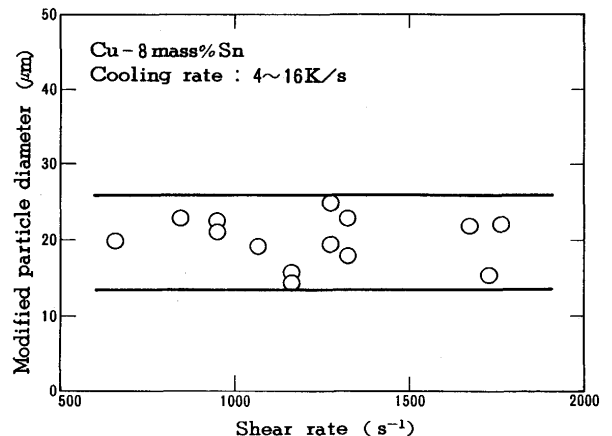


Fig. 5. Relationship between shear rate and modified particle diameter (Cu-8 mass% Sn).

依存性があり, 冷却速度が大きくなると換算粒径は小さくなる。

この傾向は, 機械攪拌法, 電磁攪拌法においても同様であり, 攪拌方式によらず初晶粒径は剪断歪速度には殆ど影響されず, 冷却速度に強く依存する。一方, 換算粒径の大

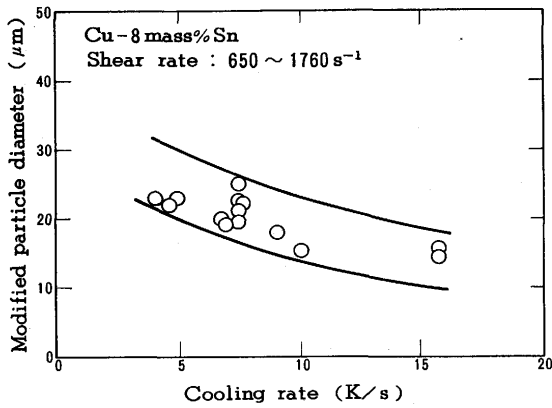


Fig. 6. Relationship between cooling rate and modified particle diameter (Cu-8 mass% Sn).

きさはCu-8mass%Snでは、機械攪拌法では80μm、電磁攪拌法で100μmであるのに対し、本方式では20μm程度である。また、2.5%C鉄では、それぞれ60μm、80μmであるのに対し、本方式では18μmと非常に微細な初晶粒が得られた。これは他方式よりも大きな冷却速度が得られるためである。

4・4 排出スラリーの品質

剪断冷却ロール式半凝固金属製造法では、ロール表面に生成する硬いシェルがスクレーパーで分離排出され、そのシェルが排出されるスラリー中に不均質に残存するとスラリーの性状に悪影響を及ぼすと考えられる。

排出スラリーの性状はロール表面に生成するシェルの性状が大きく影響すると考えられるためその支配要因と考えられるロール回転数の影響について調査した。Cu-8mass% Sn合金実験時の排出スラリーの性状とロール回転数と排出スラリーの固相率の関係をFig. 7に示す。ある固相率以上になるとスラリーはフレーク状になるが、ロール回転数を上昇させることで流動性のある(以下流体状という)より高固相率のスラリーの製造が可能となり、4.2s⁻¹では固相率0.4程度の流体状のスラリーが得られた。

フレーク状サンプルのミクロ組織の代表例(Cu-8mass% Sn)をFig. 8に示す。フレーク状サンプルの組織はシェルが層状に堆積しており、このようなサンプルを加工しても良好な材料特性は得られないと考えられるため、流体状のスラリーを製造する必要がある。

排出スラリーの性状が流体状あるいはフレーク状になるメカニズムについて検討した。高固相率のスラリーを製造する場合は、低固相率のスラリーを製造する時よりもSGを閉じて湯溜まり内での溶湯の滞留時間を増やすため、バルクの溶湯温度が低下し熱のシェル界面への流入が減少する。その結果、シェルがロール/スクレーパー隙間以上に成長し、それがスクレーパーで削られてスラリー中に不均質に残存してフレーク状になると考えられる。

一方、一定の固相率のスラリーを製造する場合、低速回転の方が高速回転よりもロールが溶湯に接触する時間が長

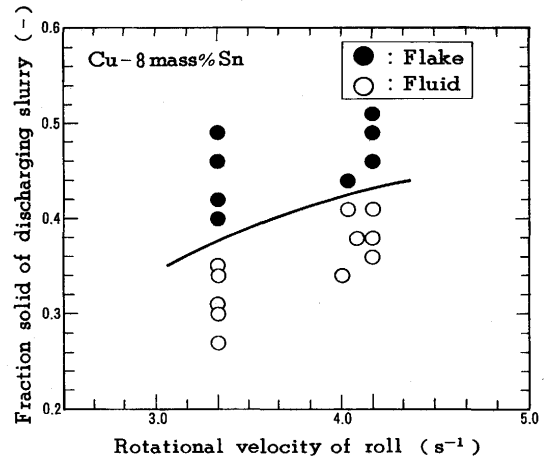


Fig. 7. Relationship between rotational velocity of roll and fraction solid of discharging slurry (Cu-8 mass% Sn).

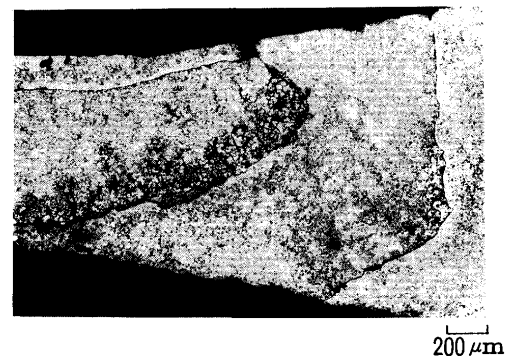


Fig. 8. Microstructure of flaky sample (Cu-8 mass% Sn).

くなるためシェルが成長しやすくなる。そのため、シェルがロール/スクレーパー隙間以上に成長すると、それがスクレーパーで削られて排出されるスラリー中に不均質に残存して性状がフレーク状になると考えられる。

そこで、上記の推定メカニズムを定量化するため、凝固伝熱解析によりロール/スクレーパー隙間以上に成長するシェル厚みを計算した。伝熱解析モデルの概略図をFig. 9に示す。Cu-8mass%Sn合金実験時のロール/スクレーパー隙間に相当する厚みのシェル成長後のシェル/溶湯間の熱伝達係数 h_s を(4)~(7)式で求めた。なお、ロール/スクレーパー隙間に相当するシェル厚みは2, 1.5mmとした。

$$q = \Delta T_w \times W \times C_p \times \frac{1}{S_m} \dots\dots\dots (4)$$

$$H = \frac{q}{T_b - T_a} \dots\dots\dots (5)$$

$$\frac{1}{H} = \frac{1}{h_s} + \frac{d_m}{\lambda_m} + \frac{d_s}{\lambda_s} \frac{1}{h_w} \dots\dots\dots (6)$$

$$h_w = 0.023 \left(\frac{d_w \cdot V_w \cdot \rho_w}{\mu_w} \right)^{0.8} \left(\frac{C_p \cdot \mu_w}{K_w} \right)^{0.4} \left(\frac{K_w}{d_w} \right) \dots\dots\dots (7)$$

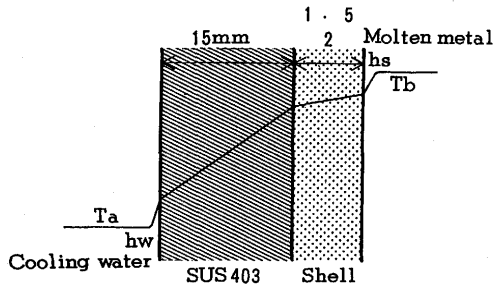


Fig. 9. Schematic diagram of heat transfer from molten metal to cooling water.

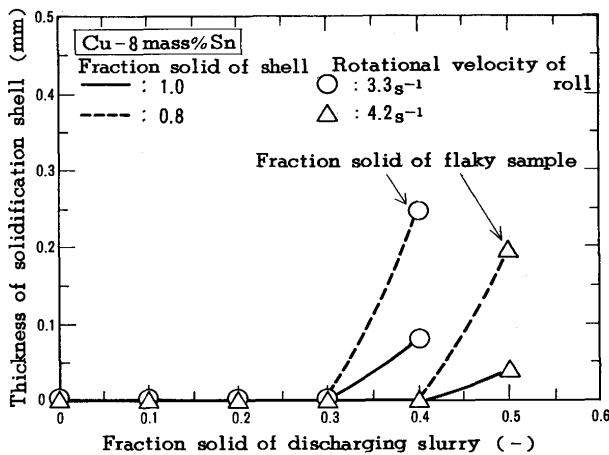


Fig. 10. Relationship between fraction solid of discharging slurry and thickness of solidification shell (Cu-8 mass% Sn).

ここで、 q ：熱流束 (W/m^2)、 ΔT_w ：ロール冷却水の温度変化 (K)、 W ：ロール冷却水量 (kg/hr)、 C_p ：比熱 ($J/kg \cdot K$)、 S_m ：ロール面積 (m^2)、 H ：総括熱伝達係数 ($W/m^2 \cdot K$)、 T_b ：溶湯温度 (K)、 T_a ：ロール冷却水入側温度 (K)、 h_s ：シェル/溶湯間の熱伝達係数 ($W/m^2 \cdot K$)、 d_m ：ロールスリーブ厚み (m)、 λ_m ：ロールの熱伝導率 ($W/m \cdot K$)、 d_s ：シェル厚み (m)、 λ_s ：シェル (Cu-8mass%Sn) の熱伝導率 ($W/m \cdot K$)、 h_w ：冷却水の冷却能 ($W/m^2 \cdot K$)、 d_w ：冷却水の流路径 (m)、 V_w ：冷却水流速 (m/hr)、 ρ_w ：水の密度 (kg/m^3)、 μ_w ：水の粘度 ($kg \cdot hr/m^2$)、 K_w ：水の熱伝導率 ($W/m \cdot K$)

(4)~(7)式で求めたシェル/溶湯間の熱伝達係数 h_s を用いて、凝固潜熱の取扱いは温度回復法を用いた1次元伝熱モデルによる前進差分法で凝固シェル成長量(ロール/スクレーパー隙間以上に成長するシェル厚み)を解析した。その結果をFig.10に示す。排出スラリーの固相率がある固相率以上に増加するとシェルが成長し、その限界固相率は低ロール回転数の方が小さくなる。また、シェル成長量は低回転数の方が多くなることがわかる。シェルが成長する排出スラリーの固相率は、ロール回転数が $3.3s^{-1}$ で約0.4、 $4.2s^{-1}$ で約0.5であり、これは、Fig.7で示したフレック状になる固相率とほぼ一致する。以上より排出スラリーがフレック状になるのは、シェルがロール/スクレーパー隙間以上に成

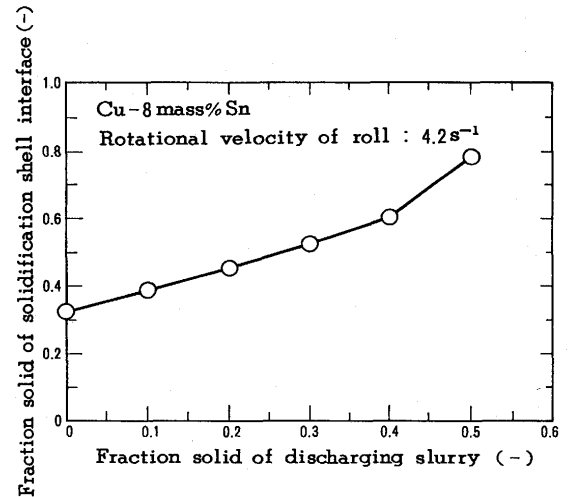


Fig. 11. Relationship between fraction solid of discharging slurry and solidification shell interface (Cu-8 mass% Sn).

長し、それがスクレーパーで削られてスラリー中に不均質に残存するためであると考えられる。

さらに、上述したある固相率以上になるとシェルが成長する結果を検証するため、シェル/溶湯間を平板に沿う流れの中に温度勾配の存在する温度境界層を仮定して、シェル界面の温度を計算した。流動下における熱伝達はPr数とRe数の関数である次式のNu数で定義できるため¹¹⁾(8)~(11)式でシェル界面温度 T_2 を計算した。

$$Nu = h_x \cdot x / k = 0.332 \cdot Pr^{1/3} \cdot Re^{1/2} \dots\dots\dots (8)$$

$$Pr = C_p \cdot \mu / k \dots\dots\dots (9)$$

$$Re = u \cdot x / \nu \dots\dots\dots (10)$$

$$q = h_x (T_1 - T_2) \dots\dots\dots (11)$$

ここで、 h_x ：溶湯の熱伝達率 ($W/m^2 \cdot K$)、 x ：溶湯入口から出口までの距離 (m)、 k ：溶湯の熱伝導率 ($W/m \cdot K$)、 C_p ：比熱 ($J/kg \cdot K$)、 μ ：粘性係数 ($kg \cdot s/m^2$)、 u ：溶湯流速 (m/s)、 ν ：動粘性係数 (m^2/s)、 q ：熱流束 (W/m^2)、 T_1 ：溶湯温度 (K)、 T_2 ：シェル界面温度 (K)

上式で計算した排出スラリーと凝固シェル界面の固相率の関係をFig.11に示す。排出スラリーの固相率が増加するとシェル界面の固相率は増加する。高橋ら¹²⁻¹⁴⁾は合金の凝固過程において、デンドライト間液相の流動が困難となる時の限界の固相率は0.67程度となることを報告している。本解析結果では、シェル界面の固相率が0.67になる排出スラリーの固相率は約0.45となり、それ以上になると流動性のない強度の高いシェルが成長すると考えられる。Fig.7の実験結果によるとシェルが削り取られ排出スラリーがフレック状になるスラリーの固相率は0.42であり、本解析結果とほぼ一致する。

排出スラリーがフレック状になる限界の固相率をロール回転数に対してプロットしたのがFig.12である。ロール回転

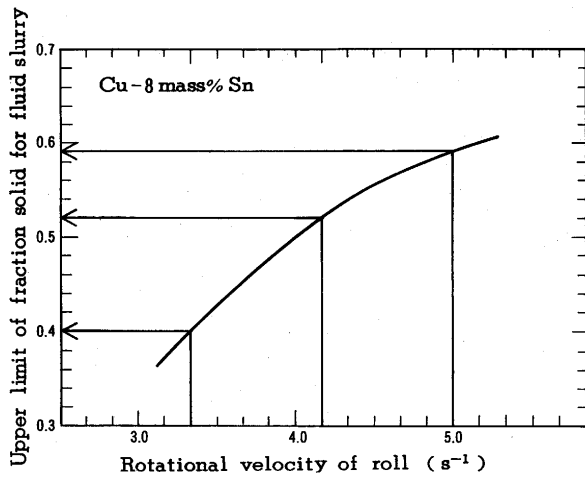


Fig. 12. Relationship between rotational velocity of roll and upper limit fraction solid for fluid slurry (Cu-8 mass% Sn).

数を増加することでより高固相率の流動性の良好なスラリーを製造することが可能となり、 5.0s^{-1} では固相率約0.6のスラリーが得られると考えられる。

5. 結言

剪断冷却ロール式実験装置において、Cu-8mass%Sn合金の半凝固金属を製造し以下のことが明らかとなった。

(1) 排出口隙間とロール回転数で半凝固金属スラリーの排出速度を制御することができ、それにより目標の固相率のスラリーを製造することができる。また、粘度を考慮した理論式でロール回転数から排出速度の推定が可能である。

(2) 排出速度を制御することで高固相率(0.3以上)のスラリーを製造できる。

(3) 初晶粒の換算粒径は冷却速度と相関があり、本方式は他の攪拌方式のものに比べ冷却速度が大きいため、非常に細かい初晶粒のスラリーを製造できる。

(4) 排出スラリーの性状が流動性のないフレーク状になる条件をあきらかにした。ロール回転数を大きくすることにより流動性の良好な、より高固相率のスラリーを製造できる。

文 献

- 1) D.B.Spencer, R.Mehrabian and M.C.Flemings: Met. Trans., 3(1972), 1925.
- 2) D.D.Kirkwood and P.Kapranos: Metals and Materials, (1989), 16.
- 3) J.M.M.Molenaar, F.W.H.C.Salemans and L.Katgerman: Journal of Materials Science, 20(1985), 4335.
- 4) 廣中一聡, 新出 司, 北村邦雄, 内村光雄, 高橋広芳, 難波明彦: 日本金属学会第113回講演概要, (1993), 249.
- 5) 廣中一聡, 新出 司, 内村光雄, 難波明彦: 日本金属学会第114回講演概要, (1994), 160.
- 6) R.T.Southin: J. the Institute of Metals, 94(1966), 401.
- 7) H.Murakami, Y.Yoshikawa, K.Takebayashi, T.Moriya, M.Hirai and A.Nanba: Proceedings of 2nd Int. Conf. on the Proceeding of Semi-Solid Alloys and Composites, (1992), 67.
- 8) 木内 学, 杉山澄雄: 生産研究, 43(1991)7, 314.
- 9) 村上 洋, 平居正純, 難波明彦, 高橋広芳, 野田真人: 材料とプロセス, 5(1992), 231.
- 10) 平居正純, 竹林克浩, 吉川雄司, 山口隆二: 鉄と鋼, 78(1992), 902.
- 11) J.P.ホールマン: 伝熱工学〈上〉, ブレイン図書出版, 154.
- 12) 高橋忠義, 市川 洵, 工藤昌行, 島原皓一: 鉄と鋼, 61(1975), 2198.
- 13) 高橋忠義, 工藤昌行, 大笹憲一, ファルーク セディキ: 鋳物, 60(1988), 313.
- 14) 高橋忠義, 大笹憲一, 片山教幸: 鉄と鋼, 76(1990), 728.