

アルミニウム合金溶湯の品質評価に関する研究

2020年3月

岩手大学大学院工学研究科
フロンティア物質機能工学専攻

岩清水 康二

目次

第1章 序論

1.1 アルミニウム及びアルミニウム合金	1
1.1.1 鋳造及びダイカスト用アルミニウム合金の材料と各元素の影響	2
1.2 アルミニウム合金の鋳造方法	4
1.3 アルミニウム合金の溶解	5
1.3.1 るつぼ炉	5
1.3.2 連続式溶解保持炉	6
1.4 アルミニウム合金溶湯中のガス及び介在物発生とその挙動	7
1.5 アルミニウム合金溶湯の清浄化処理の現状	11
1.6 アルミニウム合金溶湯の品質評価法の現状	13
1.6.1 ガス量評価方法	13
1.6.2 介在物評価方法	15
1.7 本研究の目的	16
1.8 本論文の構成	17
参考文献	19

第2章 鋳造企業で溶解したアルミニウム合金溶湯の品質評価

2.1 緒言	21
2.2 評価方法	21
2.2.1 Kモールド法	22
2.2.2 減圧凝固法	25
2.2.3 溶湯清浄化評価装置による残渣率測定法	28
2.3 評価結果と考察	28
2.3.1 Kモールド法による評価結果	28

2.3.2	減圧凝固法による評価結果	31
2.3.3	溶湯清浄化評価装置による評価結果	35
2.3.4	大手鋳造企業で溶解したアルミニウム合金溶湯の評価結果	36
2.3.5	各評価方法による評価結果の比較検討	37
2.4	結言	43
	参考文献	45

第3章 けい素量が増加した JIS AC7A 合金溶湯の K モールド法を活用した簡易溶湯品質評価

3.1	緒言	46
3.2	実験方法	47
3.3	実験結果及び考察	51
3.3.1	AC7A 合金溶湯での減圧凝固試験片の観察	51
3.3.2	AC7A 合金溶湯での K モールド試験片の折れ角度に及ぼす けい素量の影響	53
3.3.3	Al-Mg-Si 三元系合金溶湯での K モールド試験片の 折れ角度に及ぼすけい素量の影響	60
3.4	結言	64
	参考文献	65

第4章 JIS AC7A 合金溶湯の減圧凝固試験でのポロシティ発生に及ぼす水素、 介在物の影響

4.1	緒言	66
4.2	実験方法	67
4.3	実験結果及び考察	69

4.3.1 溶湯温度の影響	69
4.3.2 試験圧力, 水素量, 介在物量の影響	73
4.4 結言	84
参考文献	85

第5章 JIS AC4CH 合金溶湯の減圧凝固試験でのポロシティ発生に及ぼす水素, 介在物の影響

5.1 緒言	86
5.2 実験方法	87
5.3 実験結果及び考察	90
5.3.1 ポロシティ発生形態	90
5.3.2 試験圧力, 水素量, 介在物量の影響	95
5.4 結言	98
参考文献	99

第6章 JIS AD12 と AD12.1 合金溶湯の減圧凝固試験でのポロシティ発生に及ぼす水素, 介在物の影響

6.1 緒言	100
6.2 実験方法	101
6.3 実験結果及び考察	104
6.3.1 AD12 合金のポロシティ発生形態に及ぼす水素量, 介在物量の影響	104
6.3.2 市販 AD12.1 合金のポロシティ発生形態に及ぼす水素量, 介在物量の影響	112
6.4 結言	119
参考文献	120

第7章 総括 121

謝辞 125

第1章 序論

1.1 アルミニウム及びアルミニウム合金

アルミニウムは、主要鉱石のボーキサイトを原料として1886年にその生産方法の基礎が確立された¹⁾。鉄や銅と比較し、比重が2.7と軽く、主に航空部材として注目された。また、加工性の良さから様々な形状に成形しやすく、合金化することで強度に優れ、高耐食性を有し、電気や熱の伝導性が高い。この種々の優れた特長から現在では、自動車部品を始め、工業機械部品や医療部品の軽量化材として広く用いられている。

現在、アルミニウム合金は、99.00%以上を純アルミニウムとし、諸元素を合金化することで部材に求められる特性として使用している。これらアルミニウム合金は、**Fig.1.1**に示すように分類化され広く使用されている。

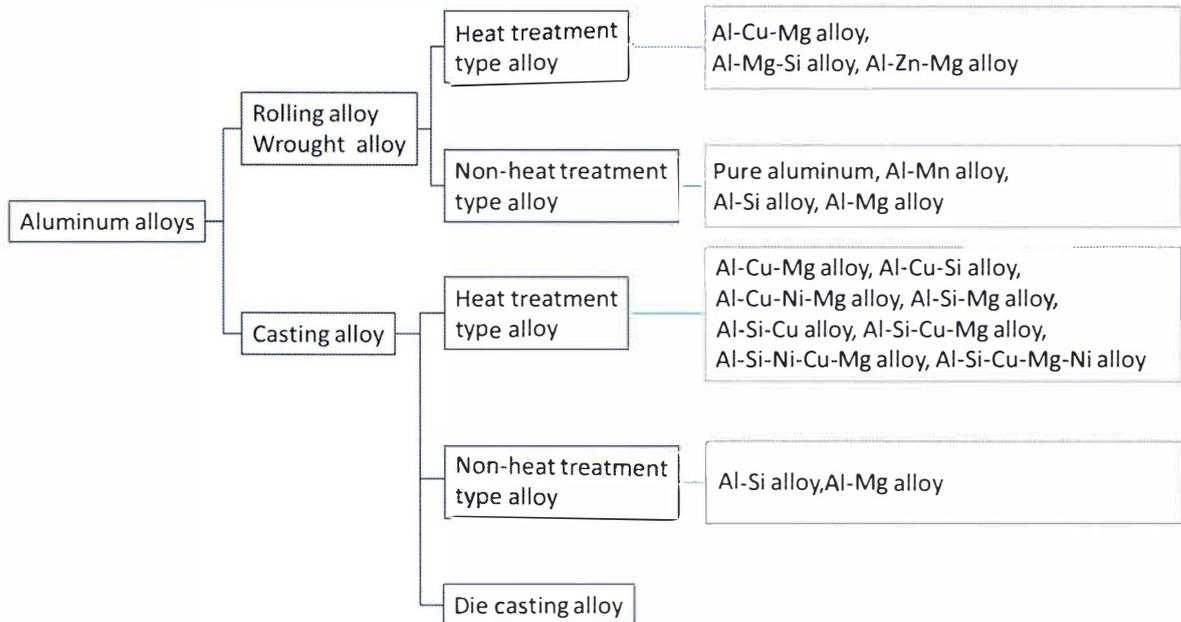


Fig.1.1 Classification of aluminum alloys

1.1.1 鋳造及びダイカスト用アルミニウム合金の材料と各元素の影響

Table 1.1 に JIS 鋳造用アルミニウム合金を Table 1.2 にダイカスト用アルミニウム合金の記号及び特性と代表的な用途を示す。アルミニウム合金へ添加した諸元素により特性を向上させる²⁾。銅 (Cu) は、時効硬化及び高温強度、切削性を向上させるが、耐食性を低下させる。けい素 (Si) は、流動性及耐摩耗性を向上させ、合金の熱膨張を低下させる。しかし、Al-Mg 系合金中では、伸びや耐衝撃性を低下させる。マグネシウム (Mg) は、耐食性、機械的強度、切削性を向上させるが、溶解時、溶湯の流動性を低下させる。亜鉛 (Zn) は、流動性向上とマグネシウムと共存し機械的強度を向上させるが、耐食性を低下させる。鉄 (Fe) は、ダイカスト用合金における金型への焼き付き防止効果が期待できるが、金属性ハードスポットを生成しやすい。マンガン (Mn) は、合金中に生成する鉄系針状化合物を塊状に形成させるが金属性ハードスポットとなりやすい。ニッケル (Ni) は、高温強度及び耐熱性を向上させる一方で耐食性を低下させる。チタン (Ti) 及びカルシウム (Ca)、ナトリウム (Na)、ストロンチウム (Sr) は、結晶粒微細化による機械的強度の向上が期待できるが、溶湯中のガス吸収量を増加させる。

カルシウムやマグネシウムは、酸化しやすい元素であり、短時間の溶湯保持で合金中のガス吸収量が激しく増加する。また、カルシウムは、溶湯と酸化物との濡れをよくすることから、溶湯表面における酸化が促進されると報告している³⁾。

Table 1.1 JIS aluminum casting alloys.

記号 (合金系)	特性	用途
AC1A・AC1B (Al-Cu系)	強度が高くじん性があり電気伝導性もよい、耐食性・鋳造性に劣る。	送電用金具類 自動車部品
AC2A・AC2B (Al-Cu-Si系)	Al-Cu系にSiを加えて鋳造性を改善した合金で“ラウタル”とも呼ばれている。強度・耐熱性に優れるが耐食性は劣る。	シリンダーヘッド クランクケース クラッチハウジング
AC3A (Al-Si系)	“シルミン”とも呼ばれ、複雑な形状・肉薄の鋳造に適するが、耐力は劣る。	ケース カバー
AC4A・AC4C・AC4CH (Al-Si-Mg系)	Al-Si系にMgを加えて、高い強度とじん性を与えた。Cuを含まないため耐蝕性もよい。	エンジン部品 機械構造用部品
AC4B (Al-Si-Cu系)	鋳造性・引張り強さは優れているが、伸びは少ない。	クランクケース シリンダー
AC4D (Al-Si-Cu-Mg系)	鋳造性・機械的性質がよく、耐圧性を要するものに用いられる。	水冷シリンダーヘッド、エンジン用ケース
AC5A (Al-Si-Cu-Mg系)	“V合金”とも呼ばれ、耐熱性がよい。	空冷シリンダーヘッド
AC7A・AC7B (Al-Mg系)	“七日月ナリウム”の名称で耐蝕性・陽極酸化処理性が優れていることが知られている。じん性はよいが鋳造性は悪い。AC7Bは経年変化によりじん性低下。	船舶部品 事務器、いす 取手 彫刻素材
AC8A・AC8B・AC8C (Al-Si-Cu-Ni-Mg系)	鋳造性良好、耐熱性、耐摩耗性に優れ膨張係数が小さい。	ピストン、軸受 ブリー
AC9A・AC9B (Al-Si-Cu-Ni-Mg系)	耐摩耗性や高温強度に優れ、熱膨張係数はさらに小さい。	2サイクル用ピストン

Table 1.2 JIS aluminum die casting alloys.

記号 (合金系)	特性	用途
ADC1 (Al-Cu系)	精密で複雑な薄肉の鋳物で、強度よりも耐食性が要求される部品に使用される。	カメラボディ 電装部品
ADC3 (Al-Si-Mg系)	鋳造性・耐食性・耐圧性のはか、特に引張り強さ・耐衝撃性にも優れている。	自動車の保安部品 (クランクケースなど)
ADC5・ADC6 (Al-Mg系)	非常に耐食性がよく、適度の強度と高い伸びを持つ。しかし動性が他の合に比べてかなり劣るため、形状の簡単な製品に限られる。	獵銃引金座、カメラボディ プロペラ、オートバイ部品
ADC10・ADC12 (Al-Si-Cu系)	鋳造性が良好で生産性が高い。しかも機械的性質の優れた耐圧性のよい製品もできるため、最も一般的に大量に使用されている。	自動車部品、光学部品 産業機械部品 家庭用器具など幅広く使用。

1.2 アルミニウム合金の鋳造方法

鋳造は、金属を溶解し、鋳型へ注湯し所定の形を得る塑性加工技術の総称である。アルミニウム合金は、**Fig.1.2** に示す方法により鋳造が行われている。

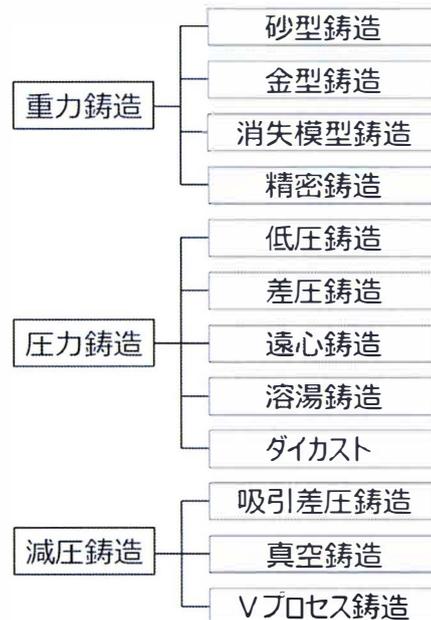


Fig.1.2 Classification of aluminum alloy casting methods.

国内におけるアルミニウム合金鋳造は、主に砂型鋳造とダイカストが高い生産量を占める。砂型鋳造は、数 kg～数 t の製品が製造可能で鋳型の材料である砂は、再利用が可能なことから比較的、製造コストが安価である。一方、ダイカストは、高圧高速で金型キャビティへアルミニウムを鋳造することから寸法精度が高く複雑形状品を量産できる。

1.3 アルミニウム合金の溶解

アルミニウム合金を溶解する溶解炉、保持炉には種々の形式がある⁴⁾。また、そのエネルギー源も重油、ガス、電気などがある。

1.3.1 るつぼ炉

るつぼ炉は、炉内に設置した黒鉛や鋳鉄によるるつぼ内で合金を溶解する形式である。Fig.1.3 に重油やガスをエネルギー源とする定置式るつぼ炉のモデル図を示す。この方法は、古くから利用されており、るつぼを加熱し、溶解することから、地金を間接溶解する。このことから直接加熱と比較し、溶湯の汚染が少なく、品質の高い溶湯を得ることが可能である。このるつぼ炉は、定置式と可傾式があり、また、大気との接触を避けるために密閉型るつぼ炉もある。

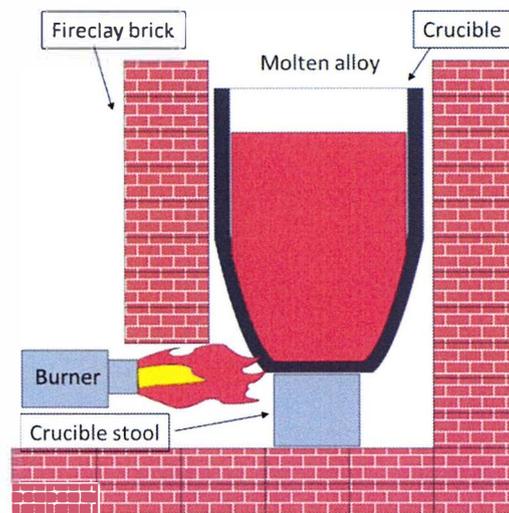


Fig.1.3 Schematic illustration of crucible furnace.

1.3.2 連続式溶解保持炉

Fig.1.4 に連続的に溶湯を供給する必要があるダイカストなどで多く用いられる溶解方式である連続式溶解保持炉のモデル図を示す。材料を投入後、バーナー等で直接加熱し、溶解後は、浸漬ヒーターで保持される。溶解後は、溶湯表面に浮上した酸化物が保持炉へ混入しにくい様、上部に仕切り板を設置している。

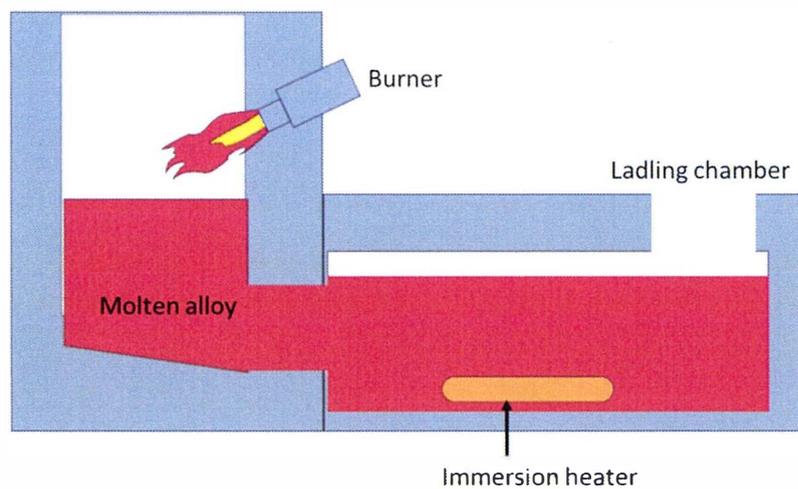


Fig.1.4 Schematic illustration of continuous melting and holding furnace.

1.4 アルミニウム合金溶湯中のガス及び介在物発生とその挙動

アルミニウムは、前述の溶解方式により溶解する。しかし、溶湯は、大気中で溶解することから大気中の水蒸気と[1.1]式のように反応し、溶湯中に酸化物を生成し水素ガスを吸収する^{5~9)}。



また、水素ガスのアルミニウム溶湯への溶解度は、[1.2]式で示される

$$\log S = 1/2 \log PH_2 - A/T + B \quad [1.2]$$

ここで S : 水素の平衡溶解度 PH_2 : 雰囲気中の水素分圧 T : 絶対温度 A, B : 定数

更に、**Fig.1.5** にアルミニウム中への水素溶解度を示す。温度が高くなると水素の溶解度は極めて大きく、凝固後の固相への溶解度は極めて小さくなり、凝固とともに大気へと放出しきれない水素ガスは気泡となり発生する。しかし、大気へ放出しきれない水素ガスは気泡となり発生する。また、大気との接触による溶湯中の水素量の増加についても研究がなされてきた¹⁰⁾。アルミニウム合金溶湯中の水素溶解度は合金元素によっても変化する。銅やけい素は、いずれもアルミニウムの水素溶解度を減少させる作用を有するが、マグネシウムは、水素溶解度を増加させる。

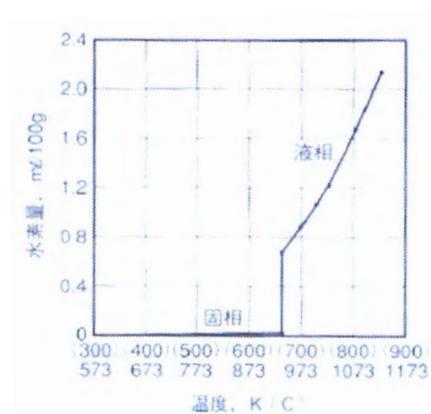


Fig.1.5 Relationship between temperature and amount of hydrogen dissolved in aluminum.

Table 1.3 に代表的な介在物の組成，状態，色を示す．酸化物は，[1.1]式により大気中の酸素と反応して MgAl_2O_4 ， Al_2O_3 ， MgO 等の酸化被膜，酸化物を形成し溶湯中に混入する．また，原材料の表面に形成した酸化被膜や溶解材料として用いられる湯道，湯口などの返り材中の酸化物も混入の原因として考えられる．更に，溶湯成分に由来する酸化物だけではなく，溶解設備に使用される耐火材や組織改良を目的として添加する微細化剤による介在物なども考えられる．介在物の大きさや形状は様々であり，数 μm から数 mm あるいは数 cm に及ぶものもある．これらが鋳造品に混入すると，外観不良をはじめ，合金の強度や耐圧性などの特性を低下させる．

萩野谷ら¹¹⁾ は，Al 溶湯の酸化に影響を及ぼす銅，けい素，マンガン，亜鉛を調べた結果，Al 溶湯は， 850°C 以上で著しく酸化され，銅及びマンガン，けい素は，いずれも 850°C 以上で Al 溶湯の酸化を抑制する傾向を示す．亜鉛は， 800°C 以下では酸化を抑制するが， 850°C 以上では，亜鉛の含有量の増加と加熱温度の上昇にともなって酸化を著しく促進させることを明らかにしている．

また，溶湯中の介在物や酸化物は，大気との接触だけではなく，溶解炉に使用される耐火物へのアルミニウム溶湯の浸透により，溶湯中に酸化物を生成するとの報告もある¹²⁾．

Table 1.3 Typical inclusion types.

種類	元素	状態	色
酸化物	Al ₂ O ₃	フィルム状、フィルム集合体、粒状塊状	灰、黒、黄褐色、透明
	MgO	粒状	黒、赤緑
	Al ₂ MgO ₄	角粒子、厚膜フィルム	透明、茶灰
	SiO ₂	塊状、粒状	黒、透明
	ケイ酸塩	"	明灰色
	Al-Si-O	"	青灰、透明
	FeO、Fe ₂ O ₃	フィルム集合体	赤
	複合酸化物	厚膜状	透明、暗灰
炭素	Al ₄ C ₃ 、Al ₄ O ₄ C	矩形、六角形板	灰
	C	長形粒子	褐灰
ボライト系	AlB ₂	六角、矩形、塊状	灰、暗灰
	AlB ₁₂	六角矩形	灰、褐色
	TiB ₂	"	"
	VB ₂	"	"
その他	Al ₃ Ti	針状	明灰色
	Al ₃ Zr	針状、粒状	"
	CaSO ₄	針状	"
	AlN	フィルム	黒
	ハロゲン化物	粒状	灰、黒

鑄造品に混入した介在物やガスが機械的性質の低下に及ぼす影響やその挙動についての研究はこれまでも多くなされている。

純アルミニウム溶湯を一方向凝固による水素の挙動を検討したところ、初期のアルミニウム溶湯中の水素量が 0.69cc/100g-Al より少ない場合の溶湯を一方向凝固させると、凝固速度に対し[1.3]式で示される一定の水素量を固溶して凝固することを明らかにした¹³⁾。

$$S = 0.00875 \cdot R + 0.0105 \quad [1.3]$$

ここで、 S ：水素の固溶量， R ：凝固速度

また、一方向凝固させた実験においては、溶湯中の水素含有量が気孔発生のための臨界濃度を超えるとき、アルミニウムの凝固に先だつて溶湯中の水素濃度が過飽和となるため気孔を形成する。この気孔は、アルミニウムを中心とした酸化物や介在物を異質核として発生したと考えられ、その発生圧は、3.14atm であつ

たと報告している¹⁴⁾.

亜共晶 Al-Si 合金の引け形態に及ぼす Si 量とガスの影響については、溶湯中のガス量に変化しても、同一 Si 量では、ポロシティ量、内引け量、外引け量の総和である総引け量は一定であり、Si 量が高くなるとこの総引け量は減少することを明らかにした¹⁵⁾.

Al-Cu 系合金鋳物の疲労特性に及ぼす溶湯清浄度の影響については、石膏型鋳物の高強度化を目的に脱ガス処理方法を検討し、ガス含有量と鋳物の機械的特性について検討を行い真空脱ガス法により溶湯中のガス量を $0.14\text{cm}^3/100\text{g-Al}$ まで低下したところ、微細な欠陥の発生があるもののガス量が低下した試料では、疲労強度が顕著に上昇することが明らかにされている¹⁶⁾.

AC2B アルミニウム合金鋳物において、溶湯中のガス量を増加させた試験片に T6 処理を行い、熱疲労寿命に及ぼすポロシティの影響を調べたところ、熱疲労による破壊機構は、試験片のひずみが大きい場合は、内部に発生する特定の大きなポロシティの周辺で生じたき裂が急激に伝播して全体の破壊を引き起こすことを明らかにしている¹⁷⁾.

ダイカスト製品の内部品質と実体強度に及ぼす溶湯処理方法の影響については、介在物、ガスの少ない清浄度の高い溶湯を真空弁方式の減圧ダイカストで鋳造したところ、通常ダイカスト品と比較し、強度のばらつきは引張強度で 1/5、圧縮破壊強度で 1/2 に低減したことを報告している¹⁸⁾.

ダイカストによる製造では、金型キャビティ内の空気を巻き込むと考えられるが、このダイカスト製品中のガス量について検討を行ったところ、ダイカスト製品中に含まれるガスの組成は、 H_2 、 N_2 、 CO_2 、 H_2O であり、 CO は極めて微量であることを明らかにしている。また、ダイカスト条件のうち、プランジャ速度を増加すると N_2 及び CO_2 が増加し、離型剤の塗布量を多くすると CO_2 及び H_2 が増加することも報告している¹⁹⁾.

高圧鋳造部材中の微小空隙の生成挙動と機械的性質に及ぼす溶湯水素量の影響については、JIS AC4CH,AC8A,ADC12 の脱ガス処理を行った溶湯と水素量を増加させた溶湯を高圧鋳造凝固にて試験片を採取し、機械的特性を評価したところ、溶湯水素が凝固時に強制的に固溶されていれば、溶湯水素量の増加は引張強さを低下させる要因にならないとの報告がある²⁰⁾。

1.5 アルミニウム合金溶湯の清浄化処理の現状

溶湯中に生成及び混入した介在物、水素ガスは鋳造後の特性低下に影響を及ぼすことから溶解後に清浄化処理によって炉外へ除去する。

酸化物及び介在物は、溶湯と比重が近いため、分離しにくい。これらの脱滓方法としては、フッ化物や塩化物を主としたフラックス剤を溶湯へ添加する。また、溶湯中の水素ガスの脱ガスには、窒素やアルゴンの不活性ガスによるバブリングを行う。溶湯に吹き込まれた不活性ガスは、浮上にともない水素ガスを不活性ガス気泡に捕集し、上昇することで炉外へと放出される。この時、溶湯の不活性ガスによる溶湯処理前後の水素濃度は[1.4]式²¹⁾で示される。

$$[\%H] = [\%H]i \cdot \exp(-K\rho At/M) \quad [1.4]$$

ここで $[\%H]$ ：処理後の溶湯中の水素濃度 $[\%H]i$ ：処理前の溶湯中の水素濃度

K ：質量移動係数 ρ ：溶湯密度 A ：溶湯中の気泡の全表面積 t ：処理時間

M ：溶湯質量

通常の操業において K 、 ρ 、 M は一定であることから、 A 及び t を増加させることで溶湯中の水素濃度を低下させることができる。

国内の企業における、溶湯清浄化処理は、フラックスを添加し、その後に不活性ガスを吹き込みによる脱ガス及び介在物を浮上させている。この不活性ガス吹き込みは、SNIF法²²⁾を基にした回転攪拌ノズルを使用した不活性ガスバブリ

ング法が広く利用され、この回転脱ガス装置や使用する不活性ガスについても種々の研究がなされている。

不活性ガスの純度が脱ガス処理に及ぼす影響について、溶湯処理時のガスをアルゴンガス（純度 5N）と窒素ガスの（5N から 2N）で溶湯処理を行ったところ、ガス純度が高い 5N による窒素ガスの場合は 5min の処理で水素量 0.2mL/100g-Al に到達する一方で、純度が低い 2N の窒素ガスでは 10min 経過後も水素量が 0.26mL/100g-Al であり、アルゴンガスと同等の溶湯清浄度を確保するためには純度 4N 以上の窒素ガスを用いることが必要なことを明らかにした²³⁾。

大塚ら²⁴⁾は、不活性ガスの気泡をより微細化させるため、溶湯内で微細な気泡を多量に放出できる単純な形状の回転ノズルを開発し、短時間で溶湯処理を可能な GBF 法の研究を行った。これにより、脱ガス開始から 6min で溶湯中の水素量 0.04~0.13mL/100g-Al まで低減させたとの報告がある。

佐藤ら²⁵⁾は、アルミニウム合金溶湯の水素量に及ぼすフラックスの被覆効果について、脱ガス処理後の溶湯表面をフラックス被覆せずに溶湯を保持すると、溶湯中の水素量は、急速に増加するが、フラックスの被覆によって溶湯中の水素量の急速な増加は抑制されることを明らかにしている。

小高ら²⁶⁾は、Al-Mg 合金溶湯をアルミナボール、フレイク状マグネシア、ガラスウールの網によるフィルター処理を行ったところ、機械的性質が向上することを明らかにした。また、この時、フィルターに捕集された介在物は、MgO を中心とする非金属介在物であることも報告している。

1.6 アルミニウム合金溶湯の品質評価法の現状

溶解後に溶湯の清浄度を評価する代表的な品質評価方法は次のとおりである。

1.6.1 ガス量評価方法

Table 1.4 に代表的なガス量評価方法を示す²⁾。

Table 1.4 Gas amount evaluation method for gas contained in aluminum alloys.

形式	原理	試料	測定精度	設置場所	取扱
ランズレー式	真空中で加熱，定容容器中に抽出し，圧力を精密測定	固体	A	研究室	複雑
ガスクロ式	不活性ガス中で加熱抽出し，熱伝導度測定	固体	B	現場試験室	容易
テレガス式	不活性ガス気泡中に抽出し，熱伝導度測定	炉内溶湯	B	炉前	容易
イニシアルバブル式	保温溶湯を減圧し，気泡放出時の温度及び圧力測定	採取溶湯	C	炉前	熟練を要す
減圧凝固式	溶湯試料を減圧下で凝固させ，切断判定	採取溶湯	D	炉前	容易

ランズレー式は，C. E. Ransley ら⁵⁾によって確立されたアルミニウム中のガスを高精度に測定する方法である。ガラス製の装置内を高真空にし，装置の一部に挿入された試料を高温加熱し，ガスを抽出し，圧力の変化を用いて測定する。最も基本となる測定法として認められているが，作業は熟練を要し，分析所要時間が長いことが欠点とされている。

ガスクロ式は，ヘリウムガスをキャリアガスとし，抽出炉内で試料を加熱し，抽出したガスを熱伝導度検出器で水素量を測定する。

テレガス式は，C. E. Ransley ら⁵⁾によって考案された溶湯中のガスを直接測定する方法である。溶湯中に挿入された傘付きの特殊プローブから窒素ガス気泡を放出し，炉内を飽和にし，熱伝導度検出器で測定する。

イニシアルバブル式は，減圧室に設置したるつぼ中に溶湯を採取し，減圧して最初の気泡が見える時点での温度と圧力を読み取り，換算式からガス量を求める。

減圧凝固式は，専用の小るつぼに溶湯を採取し，減圧容器内で凝固させ，試料の膨らみや凝固後の試料を切断し，断面に発生したポロシティ量からガス量を

評価する.

溶湯中の水素ガス分析については、水冷鋳型中で急冷凝固させた試料を用いて、真空抽出法によって水素含有量を測定した結果、101.3kPaの水素雰囲気における熔融純アルミニウムの水素溶解度 (S) に関して[1.5]式を導き出した²⁷⁾.

$$\log S = 3.256 - 2392/T \quad [1.5]$$

ここで、 S ：水素溶解度， T ：熔融試料温度 (K)

鋳造の現場では、迅速かつ高精度な評価が求められるが、高精度評価が可能なランズレー式やガスクロ式は、評価までに時間を要する。また、コストの面や評価に熟練を要する場合、定着化が困難であると考えられる。このことから減圧凝固法が迅速であるが、評価が定性的であり、その試験方法や評価方法に関する研究、報告が少ない。今後、アルミニウム合金鋳造品の品質安定化や更なる高品質化を進めるには、炉前評価法の高精度化が課題である。すなわち、現場で最も利用しやすい方法である減圧凝固法の精度向上は、詳細な試験条件やポロシティ発生に影響を及ぼすガスと介在物の挙動を明確にすることが課題として挙げられる。

1.6.2 介在物評価方法

Table 1.5 に代表的な介在物評価方法を示す。

Table 1.5 Inclusion amount evaluation method for inclusion contained in aluminum alloys.

検査法	方法	試料	特徴
破断面観察法	採取溶湯を板状に鑄造し、ハンマで破断して破面を観察する方法。破面の介在物を計数する。	鑄造試験片	溶湯中の介在物量の判定可。簡便で炉前検査用に適す。
機械的研削法	採取溶湯を厚肉に鑄造し、破面を鏡面研磨して観察する方法。介在物を顕微鏡等で観察する。	鑄造試験片 製品	溶湯中の介在物量の判定可。試料数が限られ、ばらつきが問題。
加圧ろ過法	フィルタを取り付けた容器を予熱し、採取溶湯を注入する。不活性ガスで加圧して、通過時間と所要時間の関係から清浄度を判定する。	採取溶湯	溶湯中の介在物量の判定に適。炉前検査用として有望。
吸引ろ過法	フィルタを取り付けた容器を溶湯中に浸漬し、吸引する。加圧ろ過法と同様の判定を行う。	炉内溶湯	溶湯中の介在物量の判定可。真空もれ対策に問題。
超音波法	溶湯表面から炉内に超音波を送り、反射波を受けて溶湯中の介在物量を測定する方法。	炉内溶湯 鑄造試験片	溶湯中の介在物量の判定用。検出能力に問題。
ハロゲン抽出法	臭素-メタノールまたはヨウ素-メタノール液によって金属を溶解して酸化物を抽出し、重量法等によって定量。	細片試料	専門的知識を要す。少量試料に限られ、試料採取に問題。
放射化分析法	速中性子放射化法によって、金属中に含まれる酸素量を定量測定する方法。	鑄造試験 機械加工試料	特定施設に限られる。測定精度に問題。
遠心分離法	溶湯を遠心分離機にかけて比重差により介在物を濃縮する。得られた試料の断面観察、化学分析により介在物量を求める。	採取溶湯 鑄造試料	溶湯中の介在物量の判定用。分離後の検査法に問題。

現状では、アルミニウム合金溶湯の介在物評価方法として十分確立された方法はない。また、炉前評価法として利用できる方法も少ない。

現状においては、K モールド法が広く利用されている。K モールド法は、Table 1.5 中の破断面観察法の一つで板状の試験片を採取し、ハンマ等で板状試験片を破断させ破断面を観察する方法であり、300 μ m から数 mm 程度の介在物を測定し、溶湯中の介在物量を K 値として表す²⁸⁾。

高木ら^{29, 30)}は、ダイカストプロセス中の介在物量の変化を K モールド法に準じて、測定した。元湯→ナマコ→ビスケット部→ランナ部→ゲート部へ進むに従い、粗大な介在物が増加する傾向にあるが、製品部では、微細な介在物が増加する。すなわち、ゲート通過時に介在物が破壊され細かくなっていることを報告している。また、発生した介在物は、けい素の酸化物、アルミニウムの酸化物及びアルミニウムの炭化物が考えられると報告した。

1.7 本研究の目的

これまでに述べてきたように、アルミニウム合金鑄造品に発生する不良は、溶湯中の介在物及び水素ガスが起因していることが分かっており、これまでに介在物や水素ガスが特性の低下に及ぼすことについての研究は多くなされているが、溶湯品質の炉前評価法についての報告は少ない。

このことから、本研究では、現状の評価方法による企業で使用されている AC7A 合金、AC4C 合金、AD12 合金の溶湯調査を行った。その結果を基に、これまでに広く利用されている炉前評価法の精度向上を目的に炉前評価法である K モールド法と減圧凝固法について検討を進めた。

K モールド法は、これまで介在物測定法として利用されているが、その試験方法の特徴を活用し、合金中の不純物元素混入の判定方法について調べることを目的とする。

減圧凝固法は、試験圧力や溶湯温度の試験条件が結果に及ぼす影響と合金種の違いによる評価方法について調べることを目的とする。

1.8 本論文の構成

第1章は序論であり，本研究の背景と目的について述べた。

第2章では，鑄造現場における適正な清浄化技術，溶湯品質評価方法の検討と現場での不良解析や品質向上の一助となることを目的とし，東北地域のアルミニウム合金鑄造業者，ダイカスト業者らを対象に，JIS 砂型用合金 AC7A 合金，AC4C 合金，ダイカスト用 AD12 合金について K モールド法，減圧凝固法，溶湯清浄度評価装置による溶湯評価を行った。更に，その評価方法を高精度化するための具体的な課題抽出を行った。

第3章では，AC7A 合金の品質に影響を及ぼすけい素量を K モールド試験片²⁶⁾を活用して，簡易的に評価できる方法を検討した。ここでは，AC7A 合金の靱性低下に影響を及ぼすけい素量について添加量と K モールドにおける試験片の破断角度の関係について考察した。

第4章では，Al-Mg 系合金で，溶解中に酸化物を生成しやすく，また，組成中の Mg が合金のガス吸収に影響を及ぼす AC7A 合金の減圧凝固試験法でのポロシティ発生状況を精度よく評価することを目的とし，溶湯条件や試験条件を変化させて得られた減圧凝固試料を用いて AC7A 合金のポロシティ発生に及ぼす溶湯温度，試験圧力や介在物量の影響について考察した。

第5章では，Al-Si 系亜共晶組成に近い実用合金である AC4CH 合金を用いて減圧凝固法による評価精度向上を目的にポロシティ発生形態に及ぼす水素ガス，介在物と試験圧力の影響について調べ，AC4CH 合金の減圧凝固試験によるポロシティ発生形態について考察した。

第6章では，Al-Si-Cu 合金の減圧凝固法を用いた溶湯品質評価について検討を進めるため，ダイカスト用アルミニウム合金 AD12 の水素ガス量，介在物量を変化させた溶湯を用いて，減圧凝固試験のポロシティ発生形態に及ぼす介在物，水素ガスの影響について考察した。

第7章は，総括で各章のまとめを述べた．

参考文献

- 1) 例えば, 小林藤次郎: アルミニウムのおはなし, 日本規格協会 (1985)
- 2) 軽金属協会編: アルミニウム鋳鍛造技術便覧, カロス出版 (1991) 15
- 3) 川原博, 栗野洋司: 鋳造工学 69 (1997) 556
- 4) 財団法人 素形材センター: 軽合金鋳物ダイカストの生産技術 (1993) 86
- 5) C. E. Ransley, H. Neufeld: J. Inst. Metals 74(1948)599
- 6) W. Eichenauer, K. Hattenbach, A. Pebler: Z. Metallkunde 52(1961)682
- 7) 大西忠一: 軽金属 39 (1989) 235
- 8) W. R. Opie, N. J. Grant: J. Metals 188(1950)1237
- 9) 萩野谷生郎, 福迫達一: 鋳物 56 (1984) 264
- 10) 今林守, 富田耕平, 岩村霽郎: 軽金属 16 (1966) 9
- 11) 萩野谷生郎, 福迫達一: 鋳物 54 (1982) 664
- 12) 岡田民雄, 白石邦彦, 大橋秀明, 鈴木裕之: 鋳造工学 77 (2005) 332
- 13) 品田与志栄, 西成基: 軽金属 30 (1980) 317
- 14) 品田与志栄, 西成基: 軽金属 30 (1980) 384
- 15) 森本一史, 高宮博之, 栗野洋司, 中村元志: 軽金属 38 (1988) 216
- 16) 黒木康徳, 田中徹, 里達雄, 神尾彰彦: 鋳造工学 71 (1999) 379
- 17) 生野元, 岩永省吾, 栗野洋司: 軽金属 45 (1995) 671
- 18) 大西脩嗣, 鷹合徹也, 飯塚康夫, 影山望: 鋳造工学 68 (1996) 572
- 19) 富田耕平, 谷山久法, 今林守, 岩村霽郎: 軽金属 31 (1981) 186
- 20) 吉田誠, 瀧圭司, 福永秀春: 軽金属 50 (2000) 325
- 21) 久保貴司: 一般社団法人軽金属学会 第111回シンポジウム
- 22) A. G. Szekely: Metals. Trans. 7B (1976) 259
- 23) 柴田顕弘, 附田之欣: 鋳造工学 85 (2013) 753
- 24) 大塚良達, 谷本繁美, 豊田一雄, 坂口雅司: 軽金属 40 (1990) 290

- 25) 佐藤健二, 萩野谷生郎, 玉崎洋一 : 鋳物 52 (1980) 548
- 26) 小高幹雄, 佐藤鉄男, 木村康夫 : 軽金属 30 (1980) 31
- 27) 今林守, 市村稔, 篠嶋妥 : 軽金属 45 (1995) 278
- 28) 北岡山治 : 鋳造工学 **75** (2003) 800
- 29) 高木航, 吉田誠 : 鋳造工学 83 (2011) 579
- 30) 高木航, 吉田誠 : 鋳造工学 83 (2011) 586

第2章 鋳造企業で溶解したアルミニウム合金溶湯の品質評価

2.1 緒言

アルミニウム合金は、自動車関連部品、医療機器部品、船舶部品等において軽量化を目的に年々需要が増加している¹⁾。それにともない、アルミニウム合金部品には、強度の向上や品質の安定化が求められ、これは砂型鋳造やダイカスト鋳造の分野でも同様である。アルミニウム合金鋳造品やダイカスト品は、溶解時、溶湯内に生成する酸化物や大気から吸収された水素ガスが起因となる欠陥が少なくない²⁾。また、これら介在物は、大気との接触以外にも溶解設備に使用される耐火物が混入するとの報告もある³⁾。そのため、鋳造現場では、これら不純物を除去する清浄化処理を行い、品質や機械的性質の向上、安定化を図っている。しかし、鋳造現場での溶湯清浄化方法や溶湯管理技術は各社各様であり、情報の積極的な開示が少ないため、溶湯の評価については不明な点が多い。このことは、アルミニウム合金だけでなく、マグネシウム合金についても同様である。今後、これら軽合金の更なる需要の拡大が見込まれるなか、溶湯の適切な清浄化技術と溶湯の清浄度を高精度に評価できる技術の確立が課題となる。

そこで、鋳造現場における適正な清浄化技術、溶湯品質評価方法の検討と現場での不良解析や品質向上の一助となることを目的とし、東北地域のアルミニウム合金鋳造業者、ダイカスト業者らを対象に鋳造現場で溶解しているアルミニウム合金の溶湯評価を試みた。

2.2 評価方法

評価は、岩手非鉄金属加工技術研究会の会員企業で主に使われているアルミニウム合金 AC4C, AC7A, AD12 の溶湯について行った。AD12 は 6 企業, AC4C は 1 企業, AC7A は 2 企業の溶解炉より溶湯を採取し、以下に示す 2 種類の介在物評価方法と水素ガス含有量評価方法により、溶湯清浄度の判定を行った。また、

企業の調査結果と比較するため、国内でアルミニウム合金の鋳造品およびダイカスト製品を製造している大手先端企業においても同様の調査を行った。また、溶解作業時の脱滓、脱ガス処理の有無についても調査し、溶湯清浄度評価の参考とした。

これらの結果から今後、鋳造現場の炉前評価法として活用するための課題について検討を行った。

2.2.1 K モールド法

Kモールド法は、溶湯中の介在物を簡便にかつ迅速に観察する方法である⁴⁾。溶湯を**Fig.2.1**のアルミニウム合金製鋳型に注湯し240mm×36mm×T6mmの板状試験片を作製した。凝固後、試験片をハンマで5, 6片に破断して破面観察を目視で行った。同一の溶湯で鋳造した試験片を3本作製し、15片の破断面で確認できる介在物数を測定し、[2.1]式により、K値を求め、**Table 2.1**の判定表²⁾に基づきA～Eのランクに判定した。この方法は炉前での清浄度の簡便な確認方法として利用されている。しかし、目視による判断のため経験ならびに個人差が出やすいため注意を要する。本調査においては、全て一人で同一条件の下で評価を行った。目視観察で確認できる介在物の大きさは100μm程度であるが、介在物の大きさが300μm以上になると機械的性質に影響を及ぼすと言われている⁵⁾。

$$K = S/n \quad [2.1]$$

K : 1 小片に認められる介在物数 (ヶ/片)

S : n ヶの小片に認められた介在物数の合計 (ヶ)

n : 観察した小片の数 (片)

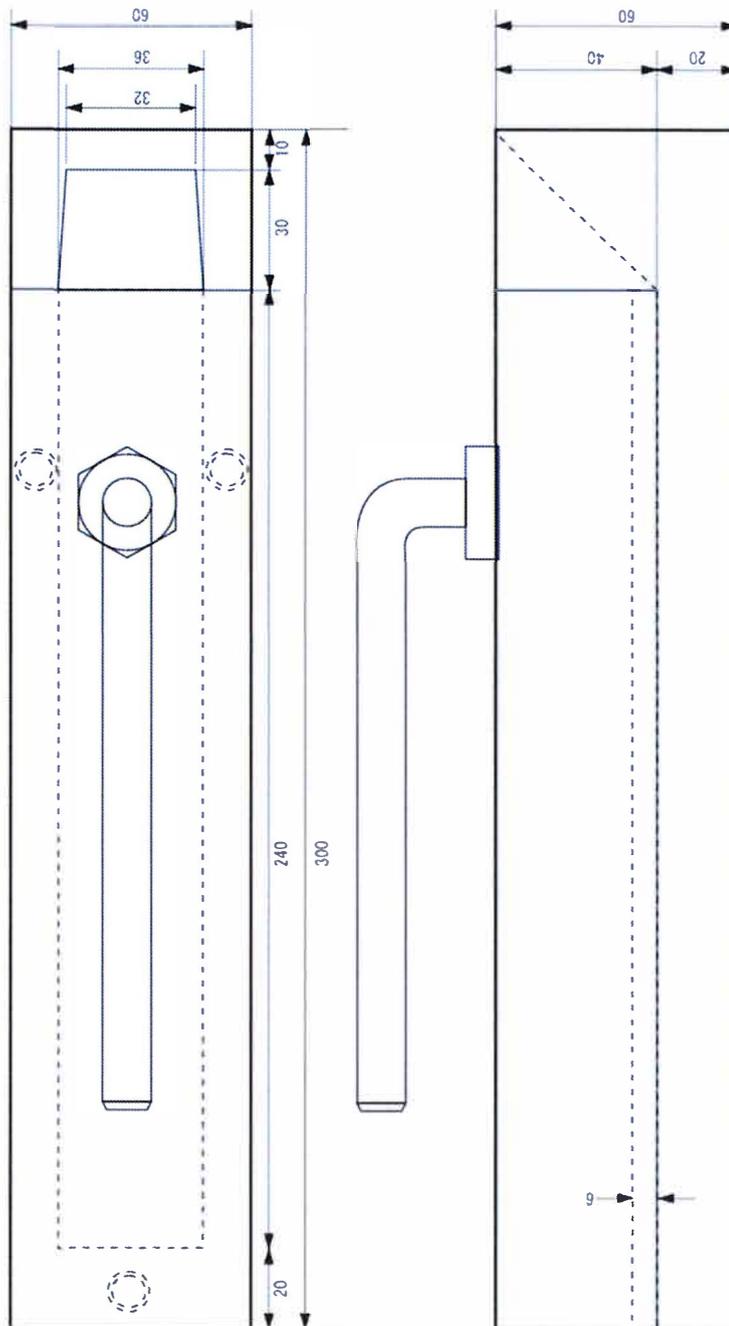


Fig.2.1 Schematic illustration of K-mold.

Table 2.1 Judgment criteria table of K-value.

級	K 値	清浄度の判定	鑄造可否の判定
A	<0.1	清浄な溶湯	鑄造しても良い
B	0.1~0.5	ほぼ清浄な溶湯	できれば処理したほうが良い
C	0.5~1.0	やや汚れている溶湯	処理の必要がある
D	1.0~10	汚れている溶湯	〃
E	>10	著しく汚れている溶湯	〃

2.2.2 減圧凝固法

減圧凝固法は、炉前のガス含有量測定の実験として現場で利用可能な方法である⁶⁻¹¹⁾。装置外観を **Fig.2.2** に示す。試料となる溶湯は、鉄製小坩堝に約 80g 採取して実験を行った。この時、坩堝は十分に加熱し、溶解炉表面の酸化膜や介在物を巻き込まないように注意しながら、すばやく溶湯を採取した。その後、5.3kPa 減圧し凝固させた。減圧凝固法では、溶湯中の溶存ガスは、ポロシティ（気泡）として試験片内に残存するため、凝固した試料を切断、研磨後、**Fig.2.3** に示す装置メーカーで作成した限度見本を基に目視によりガス量を判定した。試料採取は、n=2 とし、1 試料目の減圧凝固試験終了後、再度試料採取を行った。ここで、ポロシティの発生が少ない状態（1 級）は、ガス量 0.1 mL/100g-Al 以下、多い状態（7 級）ガス量 0.5 mL/100g-Al 以上となっている。溶湯内のガスとして考えられるのは水素、窒素、水蒸気等であるが、ここでは目視により溶湯のガス量を定性的に判定するため、ガスの特定はできない。しかし、炉前で溶湯のガス量を確認するために、本法は有効であるため広く利用されている。一部の溶湯については、溶湯をランズレー鑄型で採取し、水素ガス定量分析を行った。

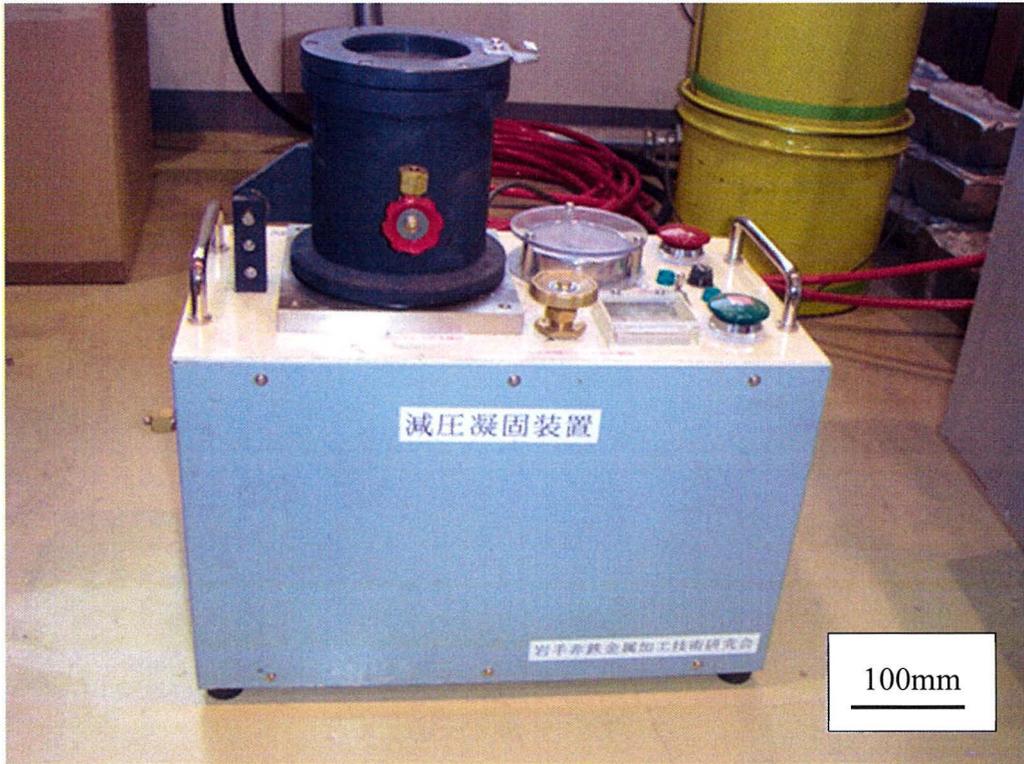


Fig.2.2 Appearance of reduced pressure test equipment.



Fig.2.3 Conformity sample of reduced pressure test.

2.2.3 溶湯清浄度評価装置による残渣率測定法

溶湯清浄度評価装置は、加圧ろ過法による評価装置である。評価は、約 4kg の評価用アルミニウム合金インゴットを装置内部の黒鉛坩堝にセットし、770℃で溶解した後、セラミックフィルター（約 100μm の目開き）で加圧ろ過して溶湯清浄度の評価を行った。評価を行う溶湯は専用の金型に採取して評価用のインゴットとした。清浄度は、試験前後の重量差から[2.2]式により残渣率を求めて評価する^{12,13)}。

$$\text{残渣率} = (\text{試験重量} - \text{濾過重量}) / \text{試験重量} \times 100 \quad [2.2]$$

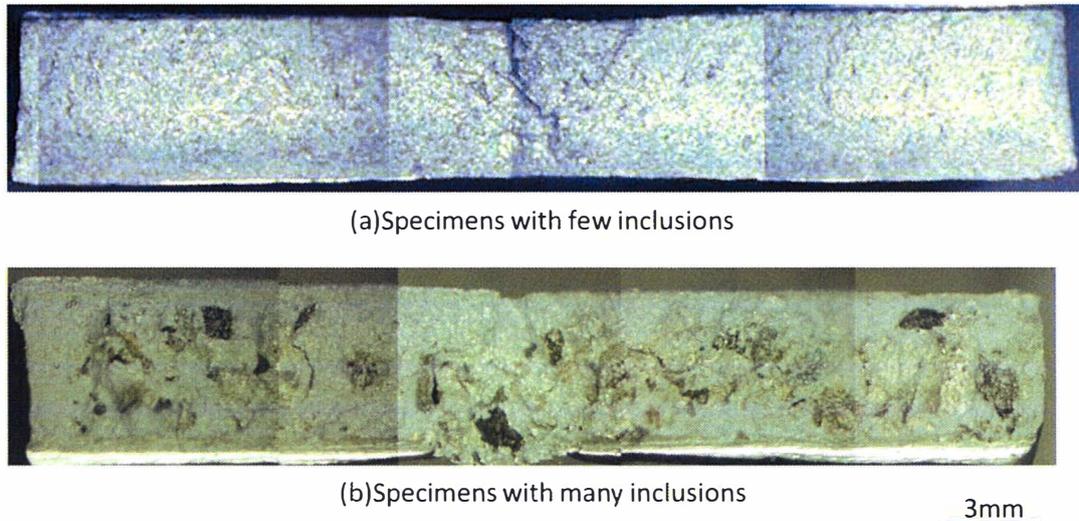
溶湯中の酸化物等の介在物が多いとフィルターに捉えられる量が増加し、残渣率が高くなり、溶湯が汚れていると判定される。同一の溶湯から作製したインゴットで 2 回の試験を行い、その残渣率の平均を試験結果とした。装置製造メーカーによると AD12 の場合は残渣率が 1.0%以下で清浄な溶湯とされている。

2.3 評価結果と考察

2.3.1 K モールド法による評価結果

Fig.2.4に、Kモールド試験片断面の例を示す。Fig.2.4中の(a)は、介在物が少ない溶湯から採取した試料である。これに対し、(b)は、脱滓処理を行っていない溶湯から採取した試料で破断面に黒色の介在物が確認できる。このように、溶湯処理を行っていないAC4C、AC7Aの場合は、破断面に介在物が多く確認できた。通常、溶解する合金は新材だけでなく、湯道や湯口、不良品などの戻り材が何割か使用されていた。铸造用合金材（AC4C、AC7A）の場合、湯道、湯口に鑄物砂や加工時の機械油などが付着する。これらが、再溶解時に酸化物の発生源になったと考えられる。また、AC7Aは、Al-Mg系合金であり、MgOの生成が著しいことから、铸造用合金材の溶解直後には、溶湯内に酸化物が大量に発生したものと考えられる。そして、AC4C、AC7Aの場合、調査企業においては溶解後、フラッ

クス剤で脱滓を十分に行っているため、K値は改善され、介在物を除去する清浄化効果を確認できた。



Fi g.24 Example of fracture surface of K mold test.

Kモールド法による調査結果を**Table 2.3**に示す。ここで、ダイカスト材（AD 12）の場合、K値は、鑄造用合金材より低い結果となったが、試験片番号5，7，8については、K値が4.0以上となり高い数値となった。これらの溶湯は、ダイカストマシンの手元保持炉で採取されたものである。ここでは、集中溶解炉で溶解した後、ダイカストマシンの手元保持炉に配湯する方法が取り入れられていた。すなわち、ダイカストは、溶湯を保持しながら操業しているため、時間の経過とともに酸化が進行し、酸化物の比重が大きくなり保持炉の下部へ沈降する。通常は、保持炉下部にある酸化物の沈降した溶湯が、ダイカストマシンへ供給されることは少ない。しかし、集中溶解後、保持炉へ配湯した際、保持炉の溶湯乱流が生じ、沈降していた酸化物が攪拌された場合、酸化物が多量に混入することになる。ここでK値が高くなった理由もこの配湯による攪拌が原因と考えられる。た

だし、この場合、酸化物が沈降するまでの沈静時間を十分に維持すればK値は下がると考えられる。

試料No.2は、試料No.1の溶湯をArガスのみで清浄化処理した溶湯である。Arガスの気泡を細かくし、溶湯内に満遍なく吹き込むことで、溶湯内の酸化物をArガスとともに溶湯表面に浮上させたことで清浄化されたと考えられる。

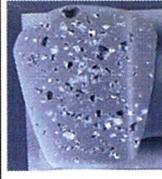
Table 2.3 Results of K-mold test.

Alloy	AD12								
No	1	2	3	4	5	6	7	8	9
K-value	1.5	0.4	2.7	2.4	4.4	2.3	5.9	4.9	0.5
Class	D	B	D	D	D	D	D	C	C
Molten metal Treatment	-	○	○	○	○	○	○	○	○
Alloy	AD12			AC7A			AC4C		
No	10	11	12	13	14	15	16	17	
K-value	0.9	0.9	0.7	4.3	24.9	0.6	6.6	0.6	
Class	C	C	C	D	E	C	D	C	
Molten metal treatment	○	○	○	○	-	○	-	○	

2.3.2 減圧凝固法による評価結果

Fig.2.5は、AD12溶湯の減圧凝固法による評価結果を示す。評価に用いた溶湯は、企業における操業中の溶解炉から採取したもので、企業の違い及び使用している合金メーカーの違いはあるものの溶解温度は、938～953Kである。No.2-1, 2-2は、脱ガス処理を行った溶湯から採取した試料であるが、その他の試料は、脱ガス処理を行っていない溶湯である。脱ガス処理を行った溶湯から採取した試料は、ひけが発生し、中央内部のポロシティはガスの排出も考えられるがガス量が低いために、ひけに近い形状を示していた。一方、脱ガス処理を行っていない溶湯の試料は、試料上部が膨らみ、内部のポロシティ発生数が多い。このことから、溶湯処理を行っていない溶湯へのガス介入は、明らかである。実際のダイカスト操業は、短サイクルで鋳造を行うため、溶湯を連続的に溶解保持しながらダイカストマシンへ供給している。このことから、操業を停止させ、脱ガス処理を行うことは困難である。

脱ガス処理を行った溶湯、すなわち溶湯中のガス量が低下した溶湯による減圧凝固試験結果は、No.2-1及び2-2のように上部が内部に向かい外ひけ、試料内部中央にひけに近い形状のポロシティが発生する。一方、脱ガス処理を行わない溶湯による減圧凝固試験結果は、No.1-2, 6-1, 6-2のように試料上部が膨れ、内部にポロシティが分散もしくは内部中央に粗大化し発生する形態となっている。しかし、ポロシティ発生形態は、No.1-1と1-2, No.6-1と6-2, No.11-1と11-2に見られるように同じ溶解炉から採取したにも関わらずポロシティ発生形態がばらつく試料も見られる。このばらつきは、ガス量や介在物量だけではなく、試験方法や試験条件も影響すると考えられる。

№(AD12)	1-1	1-2	2-1	2-2
Cross-sectional macrostructures				
№(AD12)	3-1	3-2	4-1	4-2
Cross-sectional macrostructures				
№(AD12)	5-1	5-2	6-1	6-2
Cross-sectional macrostructures				
№(AD12)	7-1	7-2	8-1	8-2
Cross-sectional macrostructures				
№(AD12)	9-1	9-2	10-1	10-2
Cross-sectional macrostructures				
№(AD12)	11-1	11-2	12-1	12-2
Cross-sectional macrostructures				

20mm

Fig.2.5 Cross-sectional macrostructures of reduced pressure test for AD12 alloy

Fig.2.6 に、AC7A 溶湯及び AC4C 溶湯による減圧凝固試験の結果を示す。試料No.13, 14 及び 16 は、溶湯処理前に採取した試料である。試料上部全体が大きく膨らみ、内部にはポロシティが分散発生している。一方、試料No.15 及び 17 は溶湯清浄化処理後に採取した試料である。上部全体が内部に向けやや引けており、内部にはポロシティの発生量が著しく低下している。このことから、本評価方法は、溶湯脱ガス処理効果の確認が可能であると考えられる。

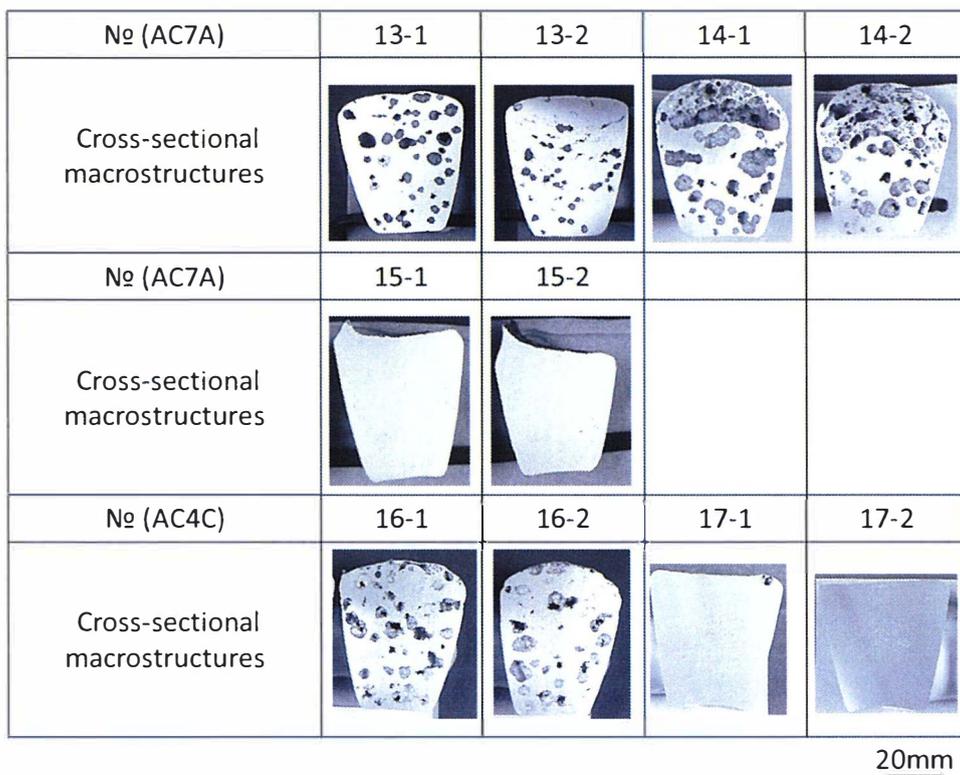


Fig.2.6 Cross-sectional macrostructures of reduced pressure test for AC7A and AC4C alloy

Table 2.4 に、限度見本を基に評価を行った結果を示す。AD12 は、4～6 級であり、溶湯中の水素量は 0.25cc/100g-Al 程度である。これに対し、脱ガス処理を行った試料No.2 は、0.15cc/100g-Al とその効果が見られた。また、砂型用合金で

ある AC7A 及び AC4C は、溶湯処理前の試料No.13-1, 13-2, 14-1, 14-2, 16-1, 16-2 に対し、溶湯処理後の試料No.15-1, 15-2 及びNo.17-1, 17-2 で1 級と大きな差が見られ、炉前において、溶湯処理の効果を確認する方法として利用できることが示唆される。

Table 2.4 Result of reduced pressure test.

Alloy	AD12								
№	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Class	4	2	5	5	4	5	4	6	6
Molten metal Treatment	-	○	-	-	-	-	-	-	-
Alloy	AD12			AC7A			AC4C		
№	10	11	12	13	14	15	16	17	
Class	7	6	5	5	7	1	7	1	
Molten metal treatment	-	-	-	○	-	○	-	○	

AC7A の場合、溶湯処理無しでは、7 級であるが溶湯処理を行うと1~5 級となった。

AC4C の場合、溶湯処理無しでは、7 級であるが溶湯処理を行うと1 級となった。

2.3.3 溶湯清浄度評価装置による評価

溶湯清浄度評価装置による残渣率測定結果を **Table 2.5** に示す. AD12 材では, 調査結果の 60%の試験片が残渣率 1.0%以下であった. しかし, 試験片番号 6,7,9,10 については, 残渣率の結果が 1.0%を越えていた. このことから, 炉内の溶湯には, 酸化物等の介在物が存在していると考えられる.

鑄造用合金材については, 溶湯処理を行った場合, 未処理のものと比較して残渣率が 1/5 となった.

Table 2.5 Result of Molten cleanliness evaluation test.

Alloy	AD12								
No	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Average residue rate(%)	0.68	0.69	0.59	0.59	0.82	1.77	1.14	0.66	2.15
Molten metal Treatment	-	○	-	-	-	-	-	-	-
Alloy	AD12			AC7A			AC4C		
No	10	11	12	13	14	15	16	17	
Average residue rate(%)	5.81	0.67	0.78	1.57	12.69	2.57	4.97	1.00	
Molten metal treatment	-	-	-	○	-	○	-	○	

2.3.4 大手鋳造企業で溶解したアルミニウム合金溶湯の評価結果

アルミニウム合金の鋳造，ダイカストを行う大手鋳造企業のアルミニウム合金溶湯の評価を行った。その結果を **Table 2.6** に示す。減圧凝固法や溶湯清浄度評価装置による評価結果は岩手県内企業と大きな差はみられなかった。しかし，K モールド法の結果は，A，B ランクであり，介在物が少ない傾向にあった。大手鋳造企業のほとんどは，炉前にて K モールドによる溶湯の清浄度を測定していた。また，溶湯を採取した炉は，AD12，AC4C とともに集中溶解炉から手元の保持炉へ配湯し，鋳造及びダイカストを行っているが，配湯時に介在物除去を目的としたフィルタで溶湯をろ過している。このことにより安定した品質を保っていると考えられる。

Table 2.6 Result of molten metal quality evaluation of major company.

No	Alloy	K-Mold		Reduced pressure test	Molten cleanliness evaluation test
		K-value	class	class	Average residue rate(%)
18	AD12	0.3	B	4	0.56
19	AD12	0.2	B	7	1.06
20	AC4C	0.06	A	1	0.78

2.3.5 各評価方法による評価結果の比較検討

Fig.2.7 に、K モールド法と溶湯清浄度評価装置の結果を比較して示す。鑄造用合金（試験片番号 13～17）は、両評価方法で相関性がみられた。すなわち、K 値が高くなると平均残渣率も高くなることが分った。しかし、ダイカスト用合金の場合、相関性はみられなかった。これは、K モールド法は、1 回の評価に必要な溶湯量は 600g 程度であり、この試験片採取は、表面の酸化皮膜が入らないよう手元炉上部付近の溶湯を用いている。しかし、溶湯清浄度評価装置の場合、1 回の評価に約 8kg の溶湯を取鍋で数回に分けて採取している。この場合の評価に必要な溶湯量は K モールド法の 13 倍である。また、ダイカストの場合、長時間の保持により酸化物は上部に、その後、酸化がさらに進んだ酸化物は、比重が大きくなり炉下部に沈降する。これらのことから、K 値の結果と平均残渣率の評価が異なった理由は、溶湯の採取位置の違いによるものと考えられる。これに対し、鑄造用合金材の場合は、坩堝内部の溶湯を満遍なく清浄化することから、坩堝内の溶湯清浄度のバラツキが少ないため、K 値と平均残渣率の相関性が得られたと考えられる。

また、鑄造用合金材については **Fig.2.8** に示すように減圧凝固法も K モールド法、溶湯清浄度評価装置による平均残渣率との相関性がみられた。このことは、坩堝炉内の溶湯清浄化処理を行うことで、溶湯の清浄度が向上し、溶湯処理の効果が現れたことを示している。この結果より、鑄造用合金材の場合、溶湯清浄度をこれらのいずれの方法でも評価が可能であることが示唆される。

一方、AD12 材（試験片番号 1～12）は、減圧凝固法と K モールド法、溶湯清浄度評価装置による平均残渣率の結果に相関性がみられず、介在物量が低い溶湯においてもガス量は高い傾向となった。ダイカスト法は、高サイクルで製造を行うため、溶湯を連続的に溶解保持し、ダイカストマシンへと供給している。このことから、操業を停止し、脱ガスを行うケースが少ないことから、本評価にお

いてガス量が高い結果となったと考えられる。

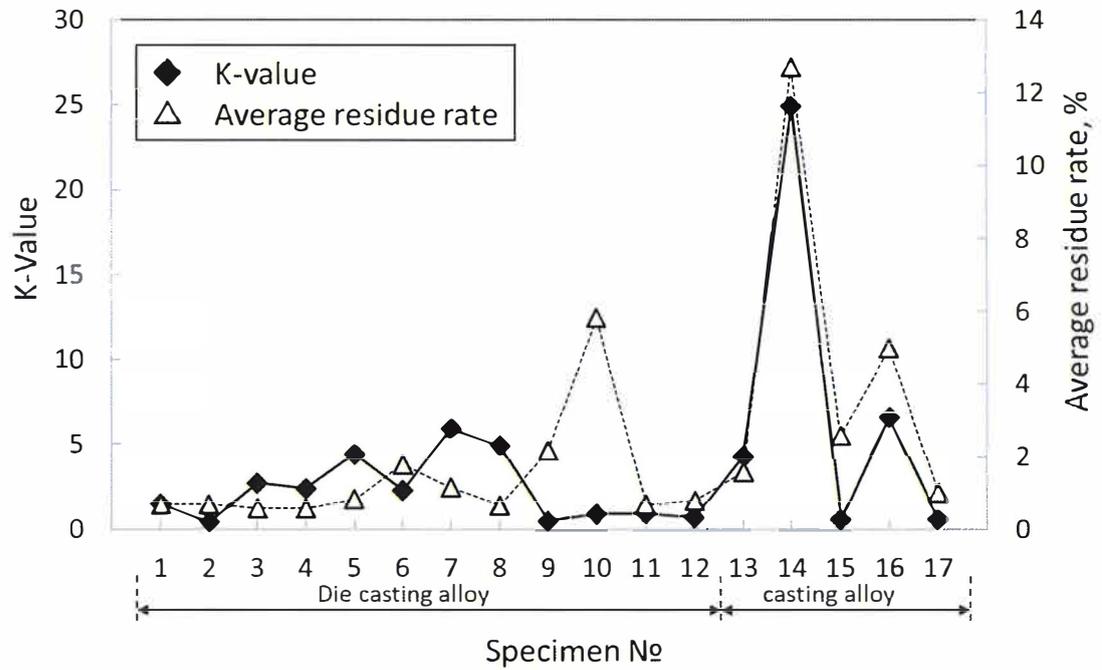


Fig.2.7 Relationship between results of K-mold and Molten cleanliness evaluation test.

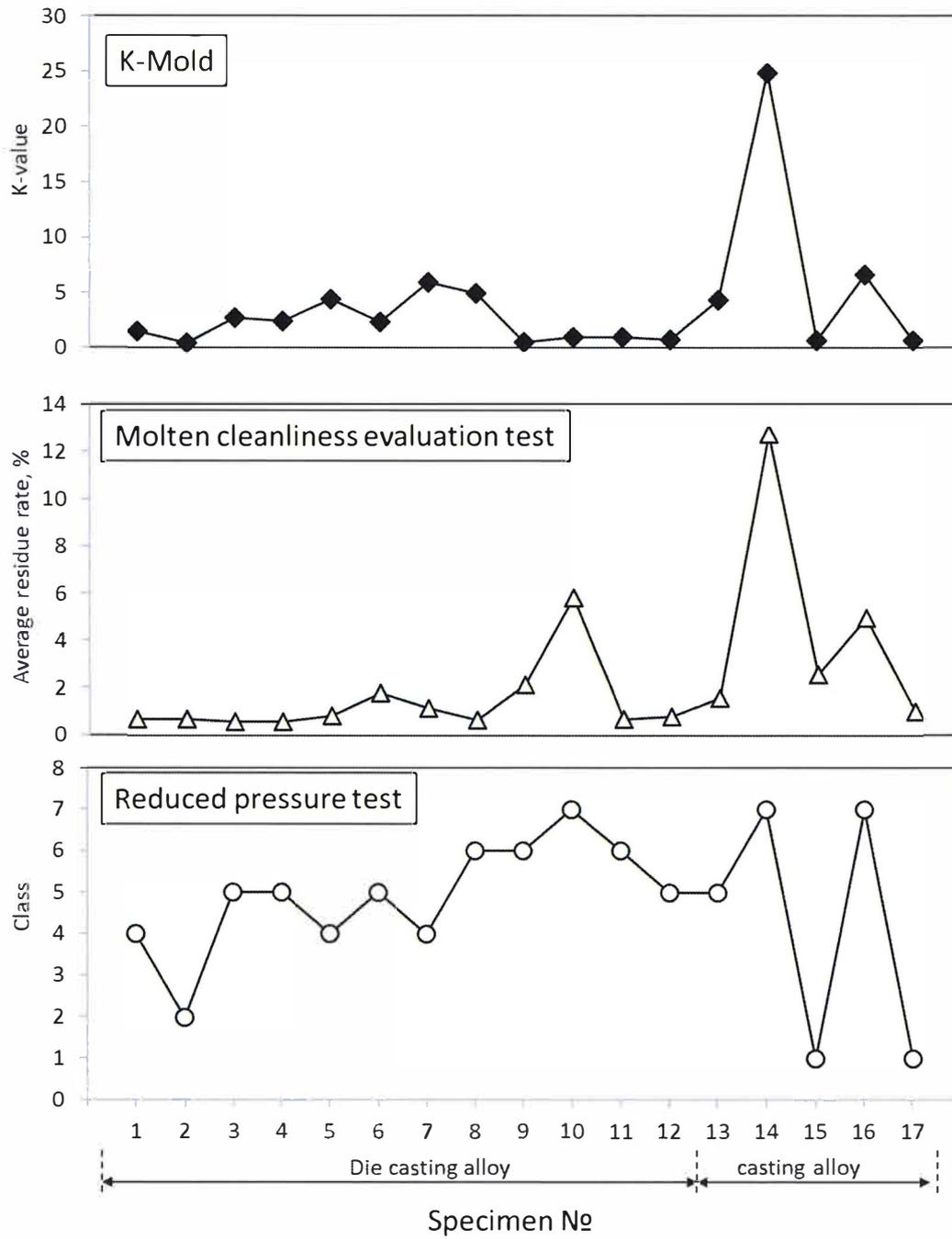
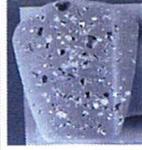
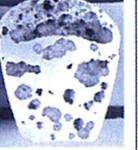
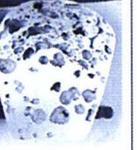


Fig.2.8 Results of K-mold, molten cleanliness evaluation test and reduced pressure test.

Fig.2.9 に、減圧凝固試験の試料断面と K 値を示す。試料No. 2 は、試料No.1 を溶湯処理した溶湯から採取した試料であるが、K 値及び減圧凝固試料断面観察からも溶湯処理の効果が確認できる。しかし、試料No. 3-2, 7-1, 8- 1は、試料内部中央に粗大なポロシティが発生しているが、K 値がそれぞれ 2.7, 5. 9, 4.9 であらつている。更に、試料No. 9 及び D は、K 値が 0. 5, 0.9 で試料内部に微細なポロシティが分散発生しているポロシティの発生形態のばらつきは、溶湯中のガス量、介在物量だけの影響ではないと考えられる。

№.(AD12)	1-1	1-2	2-1	2-2
Cross-sectional macrostructures				
K-Value	1.5		0.4	
№(AD12)	3-1	3-2	4-1	4-2
Cross-sectional macrostructures				
K-Value	2.7		2.4	
№(AD12)	5-1	5-2	6-1	6-2
Cross-sectional macrostructures				
K-Value	4.4		2.3	
№(AD12)	7-1	7-2	8-1	8-2
Cross-sectional macrostructures				
K-Value	5.9		4.9	
№(AD12)	9-1	9-2	10-1	10-2
Cross-sectional macrostructures				
K-Value	0.5		0.9	
№(AD12)	11-1	11-2	12-1	12-2
Cross-sectional macrostructures				
K-Value	0.9		0.7	

20mm

№ (AC7A)	13-1	13-2	14-1	14-2
Cross-sectional macrostructures				
K-Value	4.3		24.9	
№ (AC7A)	15-1	15-2		
Cross-sectional macrostructures				
K-Value	0.6			
№ (AC4C)	16-1	16-2	17-1	17-2
Cross-sectional macrostructures				
K-Value	6.6		3.3	

20mm

Fig.2.9 Relationship between result of K-mold and reduced pressure test.

本評価においては、介在物量評価に K モールド法，溶湯清浄度評価装置による残渣率測定，ガス量評価に減圧凝固法を用いた。

K モールド法は，簡便で炉前評価が可能である。また，評価に用いる溶湯も少なく鑄造現場においては最適である。しかし，試験片採取用の金型温度や溶湯の採取方法および評価方法には，個人差が生じることから，現場で用いるためには，作業手順や試験者の熟練と統一的な見解が必要である。また，K モールド法は，介在物測定法として広く利用されているが，AC7A 材など延性の高い合金は，試験時に破断することが困難である。しかし，この AC7A 中の不純物元素は，靱性を低下させることから K モールド試験片の破断角度と不純物元素量の関係を

明らかにすることで、不純物元素量の評価方法としての応用が期待できる。

溶湯清浄度評価装置は、1 溶湯毎に 8kg の溶湯を使用することから、現場においてはコスト高となるため負担が大きく、炉前で評価できない難点がある。しかし、清浄度を残渣率として数値化できることから、定期的な試験や合金の変更時などの品質評価に適している。

減圧凝固法は、簡易的に溶湯内のガス量を定性的に確認できる方法であり、また、炉前における試験が可能である。本評価法は、溶湯中のガス量のみでなく、介在物量やアルミニウム合金成分などによってもポロシティの発生形態は異なってくることを考えられる。しかし、現在、減圧凝固試験の試験圧力、試験温度や作業手順等の詳細な報告が少ない。このことから、現場での評価方法としての信頼性向上には、合金組成の違いによるポロシティ発生形態を検討することが課題である。更に、アルミニウム合金中の介在物と水素ガスの関係及びその挙動を調べることで、鑄造現場における溶湯品質評価の高精度化が図られると考えられる。

2.4 結言

清浄度を評価する方法として、K モールド法、減圧凝固法、溶湯清浄度評価装置を使用し、清浄度の測定を行った結果、岩手県内の企業は、大手先端企業に比べ、K 値が大幅に高いことが分った。

実際の企業では、製造品目が多種にわたり、それぞれの製品に求められる強度や品質に相違があるため、一律に評価結果を比較することは困難であることが分った。

K モールド法による介在物量評価を行ったところ、ダイカストは連続操業により常にマシンへ溶湯を供給していることから脱滓処理の効果が持続することが難しいことが考えられる。これに対し、鑄造用合金は、るつぼ炉での溶解と

脱滓処理を行うことから、溶湯中の介在物量が少ない。また、減圧凝固法による評価は、ダイカストの場合、脱ガス処理が難しいことから、溶湯中のガス量が高めに推移する。これに対し鑄造用合金は、脱ガス処理の効果が確認できた。

溶湯中の介在物と水素ガスの関係や挙動について調べることで、K モールド法、減圧凝固法による評価の適正化が期待できる。

参考文献

- 1) (社) 日本アルミニウム協会：統計資料 (2009)
- 2) 軽金属協会編：アルミニウム鋳鍛造技術便覧 (カロス出版) (1991) 97
- 3) 岡田民雄, 白石邦彦, 大橋秀明, 鈴木裕之：鋳造工学 77 (2005) 332
- 4) 北岡山治：鋳造工学 75 (2003) 800
- 5) 神尾彰彦：岩手非鉄金属加工技術研究会講演「アルミニウムの溶解と溶湯品質」(2006)
- 6) N.F.Budgen:J.Inst.Metals,42(1929)119
- 7) W. P. Walther, C. M. Adams and H. F. Taylor: American Foundryman, 27(1955)61
- 8) H. Rosenthal and S. Lipson: Trans.AFS.,63(1955)301
- 9) H. V. Sukinski and S. Lipson: Trans. AFS.,67(1959)56
- 10) J.C. Church and K. L. Herrick: Modern Casting.,58(1970)277
- 11) H. Ginsberg and A. N. Agrawal: Aluminium,41(1965)293
- 12) 大城直人, 川井清文：日本鋳造工学会第 160 回全国講演大会講演概要集(2012) 10
- 13) 宮尻聡, 藤本進, 大城直人：日本鋳造工学会第 170 回全国講演大会講演概要集 (2017) 62

第3章 けい素量が増加した JIS AC7A 合金溶湯の K モールド法を活用した簡易溶湯品質評価

3.1 緒言

アルミニウム合金は、自動車分野や産業機械分野において軽量化材料として需要が増加している¹⁾。特に、鋳造用 JIS AC7A 合金（以下、AC7A 合金）や 5000 系展伸材やダイカスト用 JIS ADC6 合金等に代表される Al-Mg 系合金は、高耐食性、高靱性なことから今後更なる需要の拡大が見込まれている。

鋳造用 Al-Mg 系合金の AC7A 合金は、これまで広く使用されている Al-Si 系合金と比較し、溶解時、酸化の傾向が強く、溶湯品質が低下しやすい^{2~5)}。さらに、鋳造の現場では、鋳造後、製品部以外の湯口や湯道を返り材として新塊合金と共に再溶解することから溶湯品質の安定化が課題となっている。このことから著者らは、AC7A 合金の溶湯品質評価方法について調査を進めてきた。その結果、砂型鋳造の場合において返り材の配合量を増やすと、けい素がわずかに混入し伸びが低下した^{6,7)}。この混入については、鋳物砂（けい砂）や耐火物等が考えられるが、原因の特定には至っていない。ただし、著者らの実験においては、返り材の配合割合が 50%以上では、けい素量は JIS 規格上限値である 0.20%以上に増加し、伸びは JIS 規格下限値の 12%を下回った。このことから、砂型鋳造における AC7A 合金の溶解には、けい素の混入を現場で簡単に評価する方法が必要であると考えた。

そこで、本研究では AC7A 合金の品質に影響を及ぼすけい素量を K モールド試験片⁸⁾を活用して、簡易的に評価できる方法を探ることを目的とした。

なお、減圧凝固試験⁹⁾はアルミニウム溶湯中のガス量を、K モールド試験は溶湯中の介在物量を測定する方法として広く鋳造現場で行われている炉前溶湯評価試験である。

3.2 実験方法

Table 3.1 に、本実験で用いた試料の化学組成を質量分率で示す。AC7A 合金インゴットにけい素量が 0.1~4.5%となるよう電解けい素 (99.7%) を配合した。溶解は、抵抗式電気炉を用いて約 2.5 kgを黒鉛るつぼにて溶解し、1023K まで昇温の後、溶湯重量に対し 0.2%脱滓用フラックスを添加した。脱滓処理及びアルゴンガスによる脱ガス処理後 10 分の沈静を行った。その後、減圧凝固試験及び K モールド試験の各試験片を採取した。また、AC7A 合金インゴットには、合金の耐食性を低下させる鉄などの不純物も多く含まれているため、けい素のみの影響を調べるために **Table 3.2** に示す純アルミニウム (99.99%) と純マグネシウム (99.99%)、電解けい素により Al-5.0%Mg-0~0.4%Si 三元系合金を溶製し、K モールド試験片を採取した。

通常、減圧凝固試験は、溶湯中のガス量を簡易的に調べるために行われるが、今回はポロシティ発生形態に及ぼすけい素量の影響を調べるために行った。溶湯を試験用小るつぼに約 85 g 採取し、装置真空チャンバ内で 5.3kPa の減圧下で凝固させた。減圧凝固試験後に取り出した凝固試験片を、試験片の中央部から垂直方向に切断し、切断面を #600 のエメリー紙で研磨仕上げした後、ポロシティ発生形態を観察した。また、5%塩化第二銅溶液にてエッチングして、マクロ組織を目視にて観察した。さらに鏡面仕上げを行い光学顕微鏡で組織を観察した。

K モールド試験は、**Fig.3.1** に示すノッチ付鋳型から試験片を採取した。通常、K モールド試験片は、万力等に試験片を固定し、ハンマで試験片を叩き破断する。しかし、ハンマでの破断は、叩き方やハンマをあてる場所により結果にばらつきが発生することが考えられた。そこで、**Fig.3.2** に示すように、厚さ 6mm の試験片を万力に固定し、冶具を用いて試験片に約 50 N の荷重負荷で、完全に破断に至った折れ角度 (θ) を測定した。この時、破断に至る折れ角度 (θ) が 90° を超え、破断が困難な場合は、ハンマを使用し、試験片へ徐々に荷重を負荷して、

試験片を破断させた。また、破断面を目視及び走査型電子顕微鏡により観察した。さらに鏡面仕上げを行い、光学顕微鏡で組織観察した。

Al-Mg-Si 三元系合金については、**Fig.3.3** に示す 3 点曲げ方法で破断荷重を測定した。また、AC7A 合金と同様に試験片折れ角度 (θ) を測定した。

Table 3.1 Chemical composition of alloy for this experiment.

(mass%)

Cu	Si	Mg	Zn	Fe	Mn	Ti	Al
0.01>	0.08	4.41	0.01>	0.12	0.01>	0.01	Bal.
0.01>	0.09	4.38	0.01>	0.12	0.01>	0.01	Bal.
0.01>	0.17	4.61	0.01>	0.15	0.01>	0.01	Bal.
0.01>	0.19	4.61	0.01>	0.14	0.01>	0.01	Bal.
0.01>	0.20	4.57	0.01>	0.15	0.01>	0.01	Bal.
0.01>	0.22	4.23	0.01>	0.12	0.01>	0.01	Bal.
0.01>	0.24	4.56	0.01>	0.13	0.01>	0.01	Bal.
0.01>	0.28	4.11	0.01>	0.11	0.01>	0.01	Bal.
0.01>	0.38	4.11	0.01>	0.12	0.01>	0.02	Bal.
0.01>	1.00	4.36	0.01>	0.12	0.01>	0.02	Bal.
0.01>	4.53	4.42	0.01>	0.11	0.01>	0.02	Bal.

Table3.2 Chemical composition of Al-5.0%Mg-0 ~ 0.44%Si ternary alloy for this experiment.

(mass%)

Cu	Si	Mg	Zn	Fe	Mn	Ti
-	0.04	5.24	-	0.04	-	-
-	0.11	5.19	-	0.04	-	-
-	0.15	5.01	-	0.01	-	-
-	0.17	5.08	-	0.01	-	-
-	0.19	5.01	-	0.01	-	-
-	0.22	5.24	-	0.04	-	-
-	0.32	5.22	-	0.04	-	-
-	0.44	5.16	-	0.04	-	-

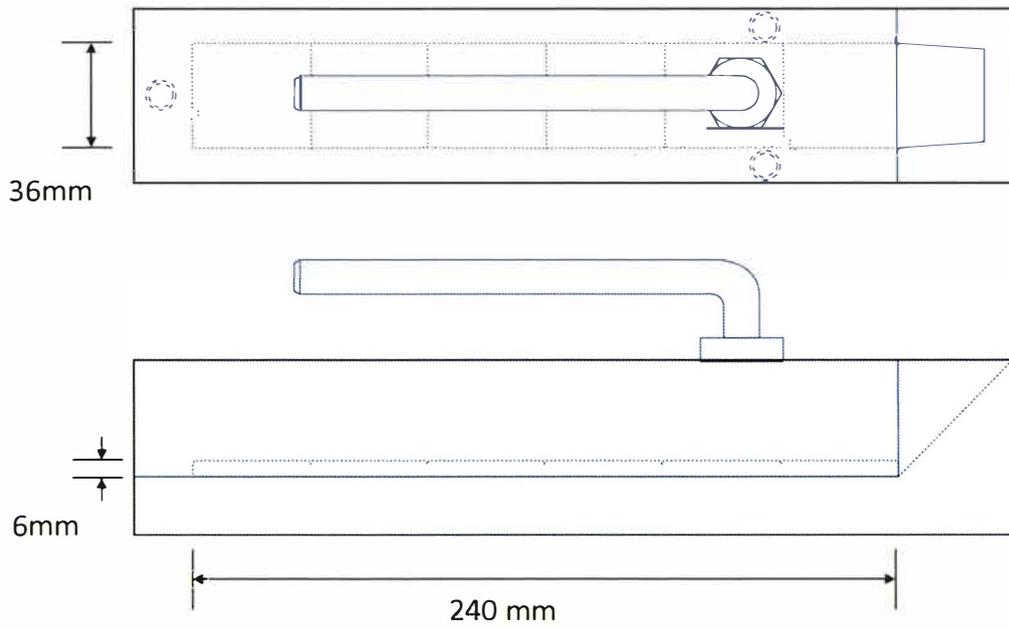


Fig.3.1 Schematic illustration of K-mold.

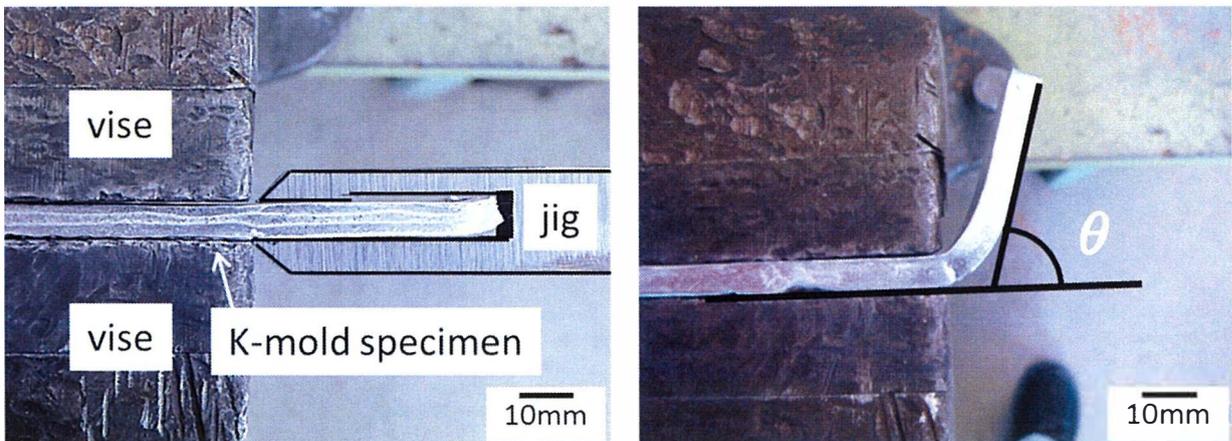


Fig.3.2 Schematic illustration of K-mold test and measurement method of bending angle (θ).

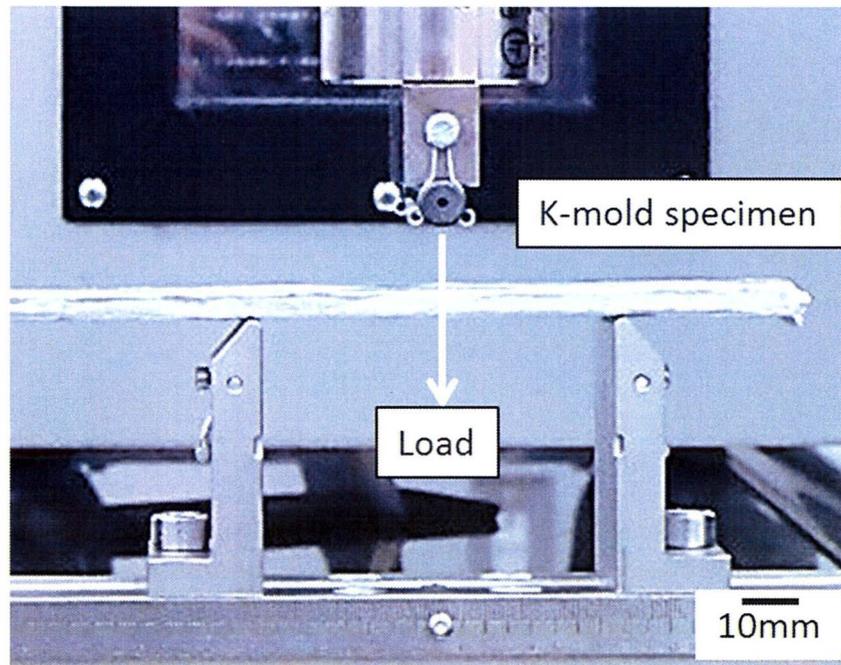


Fig.3.3 Schematic illustration of three-point bending test of K-mold specimen.

3.3 実験結果及び考察

3.3.1 AC7A 合金溶湯での減圧凝固試験片の観察

Fig.3.4 に、けい素量を変化させた溶湯から採取した減圧凝固試験片の断面と比重を示す。この試験片は、清浄化処理を施した溶湯から採取したことから、すべての試験片上部は、膨らみがなく、溶湯中のガス量は低いと考えられる。試験片断面を観察すると、けい素量が増加すると試験片下部にひげ状のポロシティが発生しているが、比重を測定した結果、けい素量が 0.38%まで増加すると、比重は低下し、ポロシティ面積率も増加した。その後、けい素量が 1.0%以上となるとポロシティ面積率は低下する傾向にあった。

Silicon content (%)	0.08	0.09	0.22
Cross-sectional of vacuum gas test specimen			
Specific gravity of specimen(g/cm ³)	2.59	2.58	2.59
Porosity area ratio(%)	0.15	0.59	2.23
0.28	0.38	1.00	4.53
			
	2.57	2.57	2.61
	1.50	2.42	0.93
			2.60
			1.20

10mm

Fig.3.4 Cross-sectional macrostructure of vacuum gas test specimen and specific gravity of specimen, porosity area ratio with changing silicon content in AC7A alloy.

Fig.3.5 に、凝固組織を確認するため Fig.3.4 の試験片を 5%塩化第二銅溶液にてマクロエッチングした減圧凝固試験片の断面を示す。減圧凝固試験では、外周

部及び底部より凝固が開始するので、けい素量 0.08%~1.00%の試験片断面においては、外周部及び底部の組織が細かくなり、最終凝固部である上部の組織が粗大化している。しかし、けい素量 4.53%の試験片組織は、粗大化しており、他とは明らかに違いが見られる。

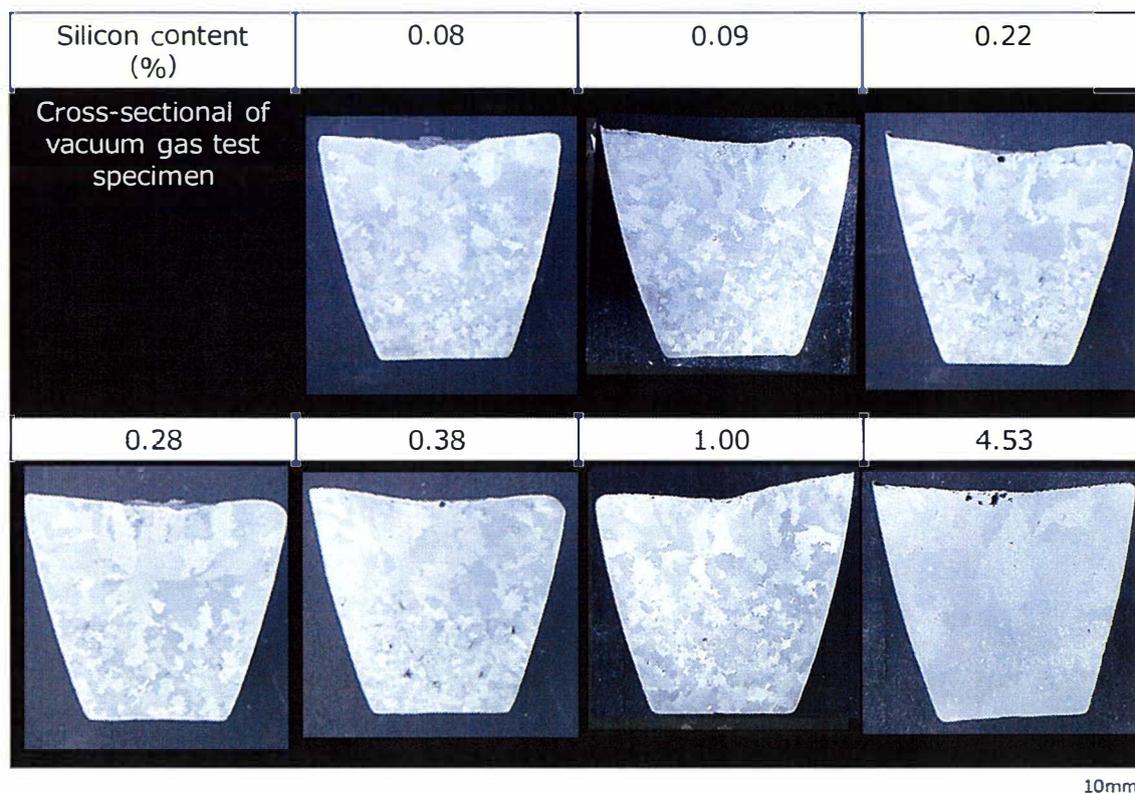


Fig.3.5 Cross-sectional macrostructure of etched vacuum gas test specimen.

Fig.3.6 に、光学顕微鏡により結晶粒界を拡大して観察した結果を示す。けい素量が 0.08%の場合、 α -Al の粒界には、わずかに金属間化合物の生成が確認できる。しかし、けい素量 0.22%となると粒界には、 Mg_2Si と推測される骸骨状の組織¹⁰⁾が確認できる。けい素量の増加とともに Mg_2Si も増加する傾向にあり、けい素量 4.53%の試験片では、はっきりと骸骨状の組織が認められる。このことから、減圧凝固試験片の目視による観察では、けい素量 0.08%~1.00%のマクロ組織の違いは確認できないが、光学顕微鏡による組織観察で、けい素量の変化を

確認することができる。

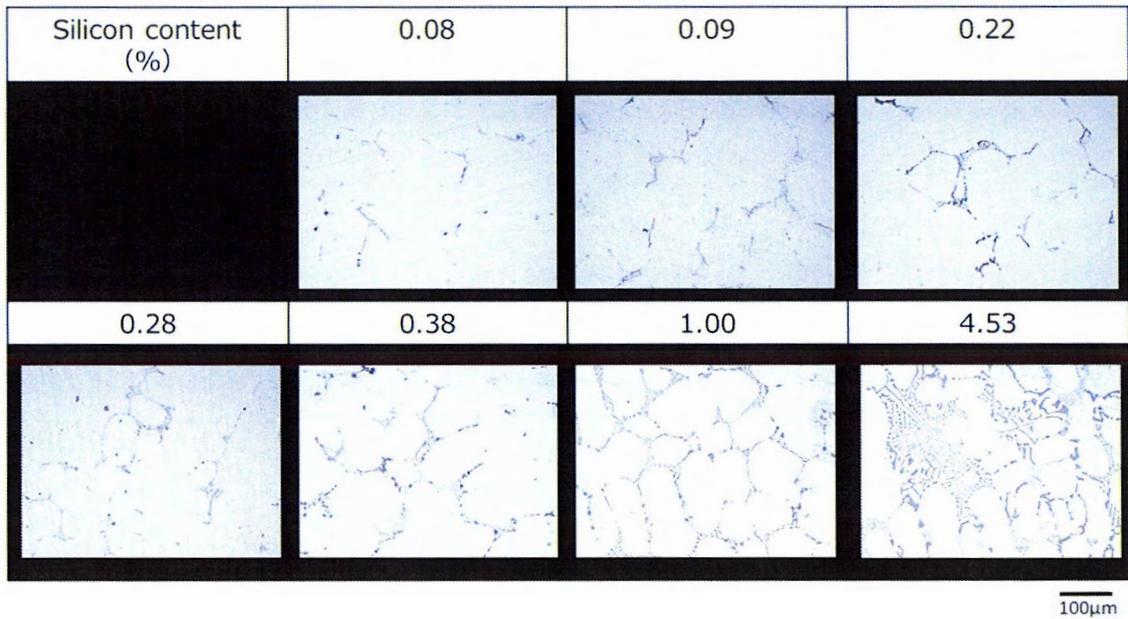


Fig.3.6 Microstructure of vacuum gas test specimen with silicon contents.

3.3.2 AC7A 合金溶湯での K モールド試験片の折れ角度に及ぼすけい素量の影響

Fig.3.7 に、けい素量の違いによる K モールド試験片破断面と研磨後の光学顕微鏡による組織写真を示す。この試験片破断面に発生した介在物数を 10 倍ルーペで測定した結果、介在物量を示す K_{10} 値は、 $K_{10}=0.5$ 以下と低い値であり、ほぼ正常な溶湯であったことを示している。破断面を観察すると、けい素量 0.09% 以下の試験片破断面は凹凸が多く、延性の破壊が見られるが、けい素量 0.2% 以上の試験片は破断面が細かくなり、破断面の色が淡青色に変化する傾向がある。特にけい素量が 0.2% を超えると目視による色の変化が顕著である。これは、 Mg_2Si が固有の淡青色を有する¹⁰⁾ ことから、目視観察時、破断面が淡青色化するのには、組織内の Mg_2Si 量が増加したためと考えられる。光学顕微鏡で組織観察を行った結果、Fig.3.6 と同様にけい素量が 0.1% 程度を超えると、 $\alpha-Al$ の粒界

に Mg_2Si と推測される金属間化合物が確認できる。そこで、**Fig.3.8** に 0.09%Si の K モールド試験片に観察される金属間化合物を走査型電子顕微鏡で面分析した結果を示す。この結果から金属間化合物が Mg_2Si であることが確認でき、けい素の増加とともに粒界に Mg_2Si が増加することが分った。

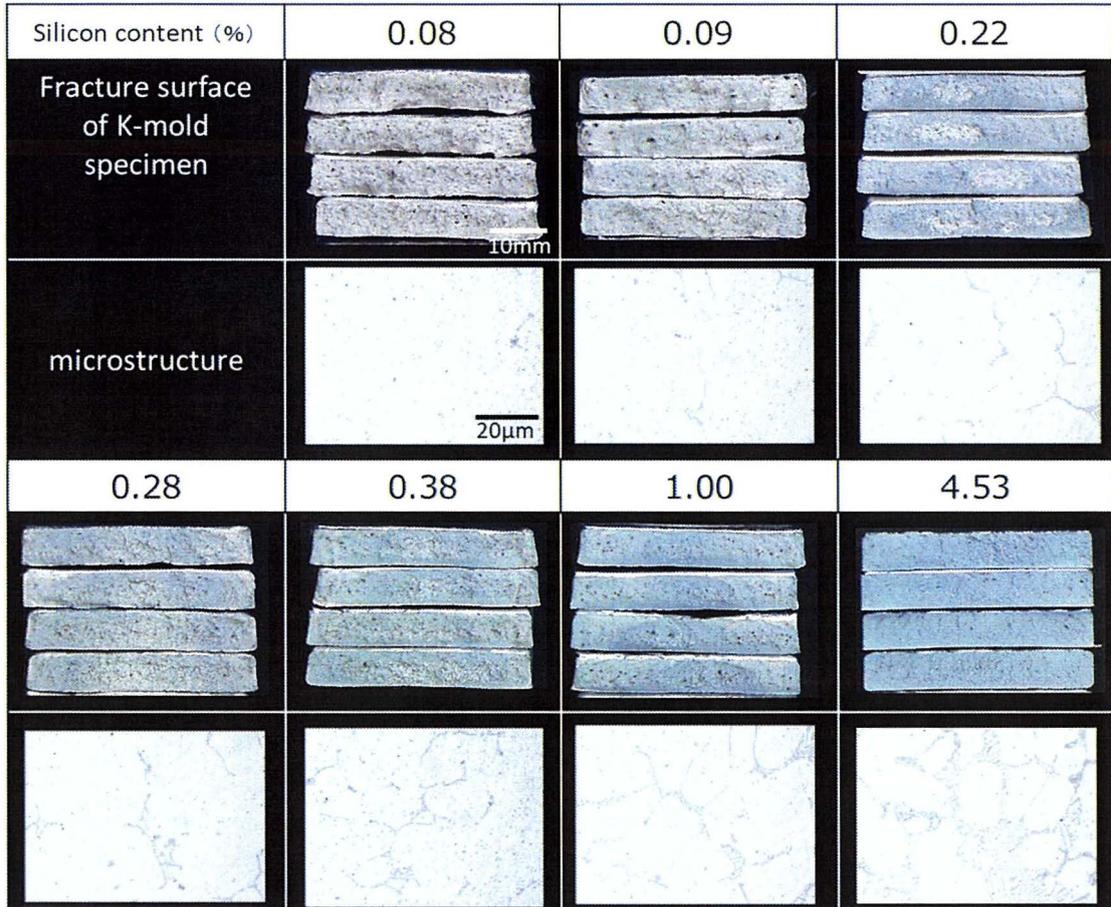


Fig.3.7 Fracture surface and microstructure of K-mold specimen with silicon content.

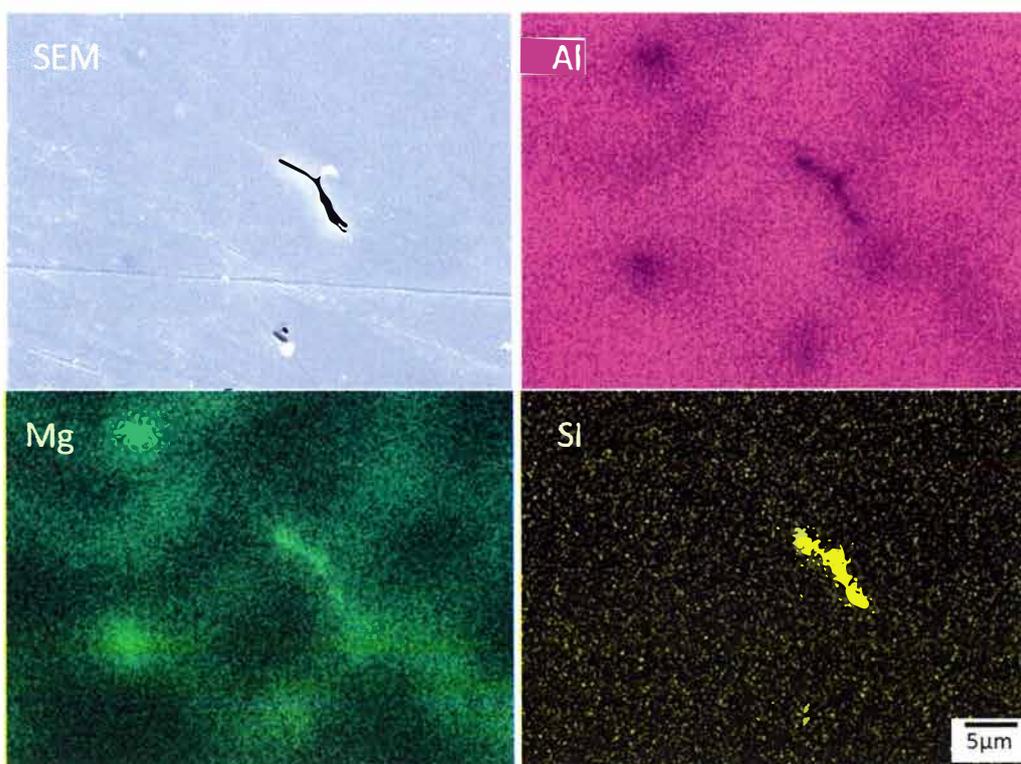


Fig. 3.8 SEM photo and result of area analysis by EDS at K-mold specimen with 0.09% silicon content.

Fig.3.9 に、走査型電子顕微鏡によるけい素量 0.11~0.44%の K モールド試験片の破断面観察画像を示す。破壊面には、 α -Al 相の延性破壊によるディンプルが確認できるが、けい素量が 0.19%を超えると破壊面には、ディンプルと粒界に Mg_2Si が確認できる。さらに、けい素量 0.44%の試験片を試験終了後に研磨し、観察と面分析した結果を、Fig.3.10 に示す。破壊面から、内部へ向け、 α -Al の粒界に Mg_2Si が共晶として発生し、破壊の伝播経路が変化したことが考えられる。

これは、安達らの報告¹¹⁾や長谷川らの報告¹²⁾にもあるように、けい素量が増加することで組織中に硬くて脆い Mg_2Si が生成することで粒内破壊から粒界破壊へと移行し、試験片の伸びが低下したため、破断荷重及び角度に影響を及ぼしたと考えられる。

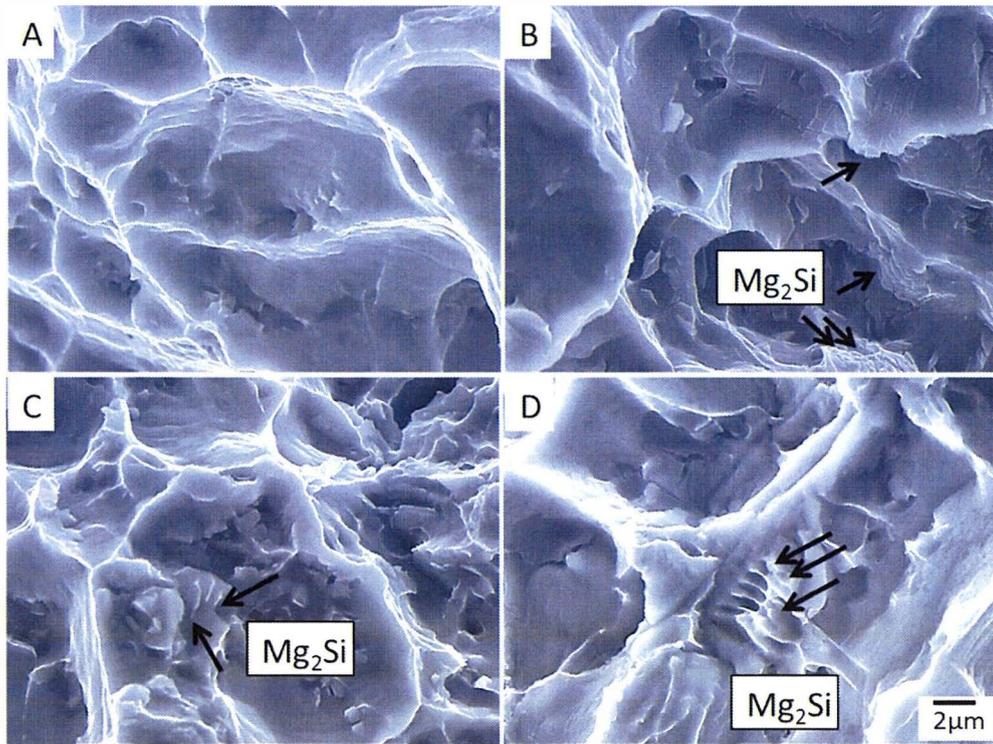


Fig.3.9 SEM photos of fracture surface.(A)silicon content 0.11%,(B)silicon content 0.19%,(C)silicon content 0.32%,(D)silicon content 0.44%.

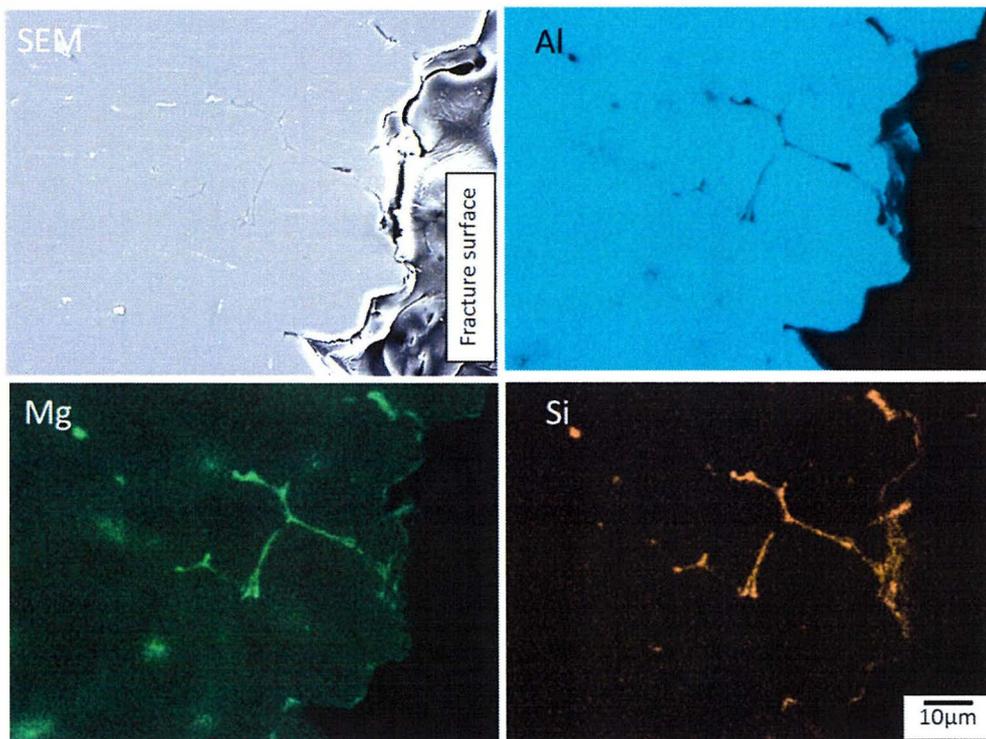


Fig.3.10 SEM photo and result of surface analysis by EDS at K-mold specimen with 0.44% silicon content.

Fig.3.11 に、0.08~0.24%Si の溶湯から採取した K モールド試験片により折れ角度を測定した結果を示す。0~0.15%Si の試験片は、破断に至っていない。しかし、けい素量が 0.17%を超えると試験片の折れ角度 (θ) にばらつきはあるものの、試験片は破断している。そこで、AC7A 合金の 0.17~0.24%Si におけるけい素量と折れ角度の相関係数 (R) を求めると $R=0.67$ となり正の相関を示す。さらに、けい素量が増加すると折れ角度 (θ) は低下する傾向にある。

この折れ角度 (θ) のばらつきの要因は、介在物量の存在が影響を及ぼすことも考えられたことから、溶湯処理を行わない 0.04%Si 溶湯の K モールド試験片の折れ角度を調べることにした。**Fig.3.12** に、脱滓、脱ガス無処理の溶湯から採取し、試験中の K モールド試験片と試験後の破断面を示す。試験片破断時、亀裂が確認できるが、破断はせず、試験片は垂直方向に曲がっている。この断面を観察すると、 $K_{10}=28.6$ となり汚れている溶湯である。介在物数を測定すると断面には、30 個以上の介在物が確認できた。

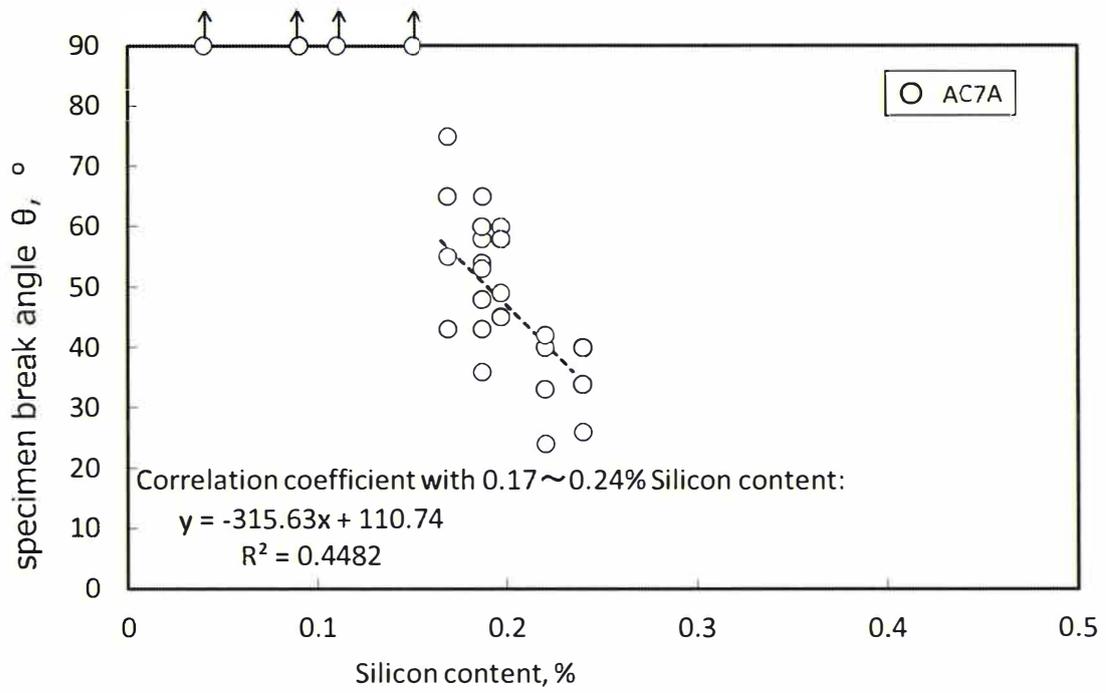


Fig.3.11 Relation between specimen break angle(θ) and silicon content.

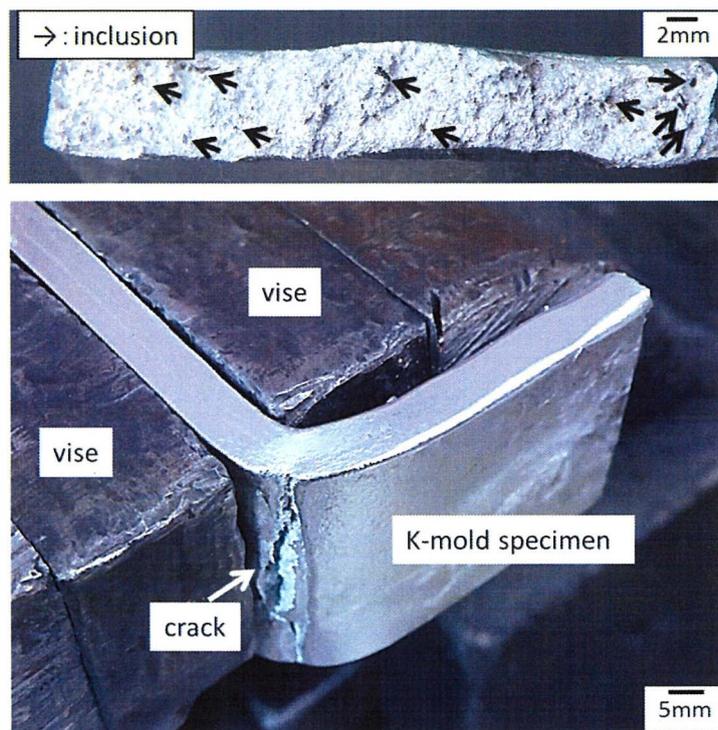


Fig.3.12 K-mold test specimen of untreated specimen and fracture surface.

Fig.3.13 に、破断面に発生した介在物を走査型電子顕微鏡で観察と面分析を行った結果を示す。破断面に発生した介在物は、アルミニウムやマグネシウムを主成分とする酸化物であり、けい素は影響していない。断面に 30 個以上の介在物が存在しても試験片が破断しなかったことから、本実験における溶湯中の介在物は、K モールド試験片の折れ角度に影響を及ぼしていないことが分った。

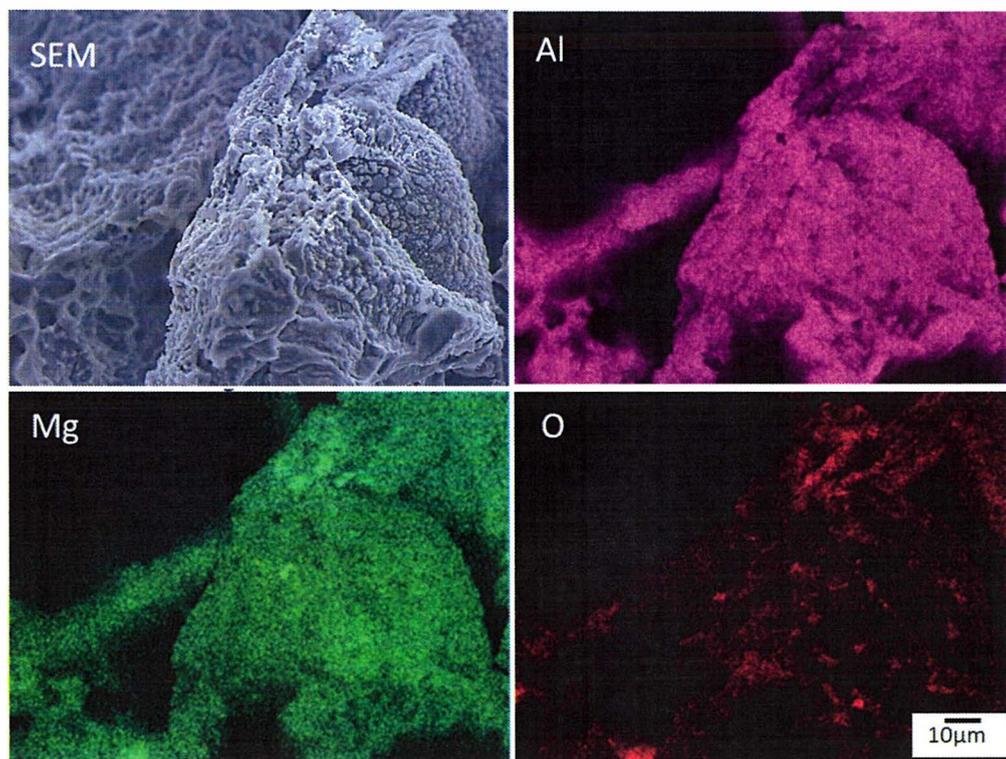


Fig.3.13 SEM photo and result of surface analysis by EDS at K-mold specimen with 0.09% silicon content.

3.3.3 Al-Mg-Si 三元系合金溶湯での K モールド試験片の折れ角度に及ぼすけい素量の影響

Fig.3.14 に、けい素量の違いによる荷重とたわみの関係を示す。0~0.11%Si の試験片は、最大荷重を迎えたのち徐々に荷重が低下していく。これに対し、0.19% Si, 0.32%Si, 0.44%Si の試験片においては最大荷重の後に破断している。さらに、0.44%Si の試験片においては、最大荷重も 2797N と他試験片と比較して低くなっている。

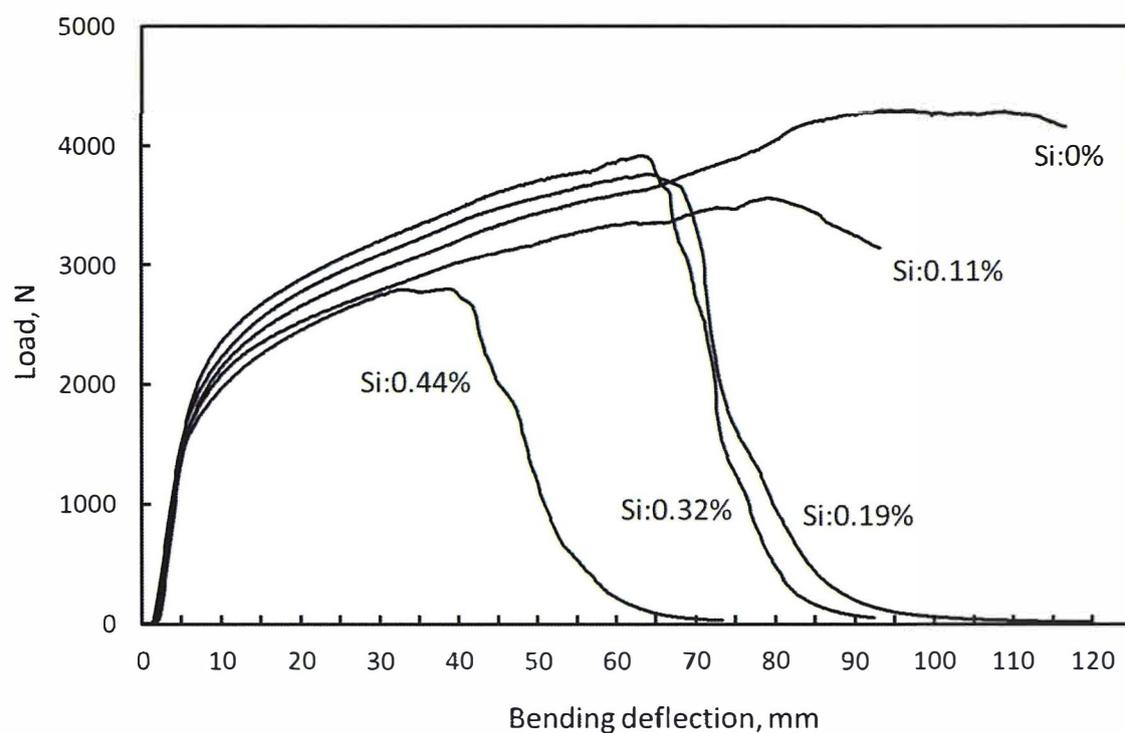


Fig.3.14 Relation between load and Bending deflection with Al-Mg-Si ternary alloy.

Fig.3.15 に、Al-Mg-Si 三元系合金の K モールド試験片破断時の折れ角度とけい素量の関係を示す。けい素量が 0.15%以下の場合、試験片に亀裂は発生したが、破断には至らなかった。しかし、AC7A 合金と同様に、けい素量が 0.17%以上となると Al-Mg-Si 三元系合金の場合も、試験片は破断した。けい素量が 0.17%の時の折れ角度は、 $67.5^{\circ} \sim 86^{\circ}$ であった。さらに、けい素量が 0.19%に増加すると折れ角度は、 $36^{\circ} \sim 70^{\circ}$ とさらに大きくばらついた。

けい素量 0.22%では、折れ角度 (θ) は、 $26^{\circ} \sim 48^{\circ}$ ，けい素量 0.32%では、折れ角度 (θ) は、 $28 \sim 40^{\circ}$ ，けい素量 0.44%では、折れ角度 (θ) は、 $30 \sim 37.5^{\circ}$ とけい素の増加とともに最大折れ角度が低下する傾向にある。特に、けい素量が 0.17~0.20%における折れ角度の低下は著しい。

0.17~0.22%Si の範囲でけい素量と折れ角度の相関係数を求めると $R=0.84$ となり、前述の AC7A 合金の $R=0.67$ と比較し、Al-Mg-Si 三元系合金による試験片の方がけい素量と折れ角度にはより強い相関が得られた。また、折れ角度 (θ) が低い値を示した試験片断面を観察したところ、試験片内部中央にひけが確認できた。これら K モールド試験片内部に発生する微細な欠陥が折れ角度のばらつきに影響を及ぼすと考えられる。つまり、けい素量が増加すると折れ角度は低下し、さらに試料内部に微細な欠陥があった場合、さらに折れ角度は小さくなると考えられる。

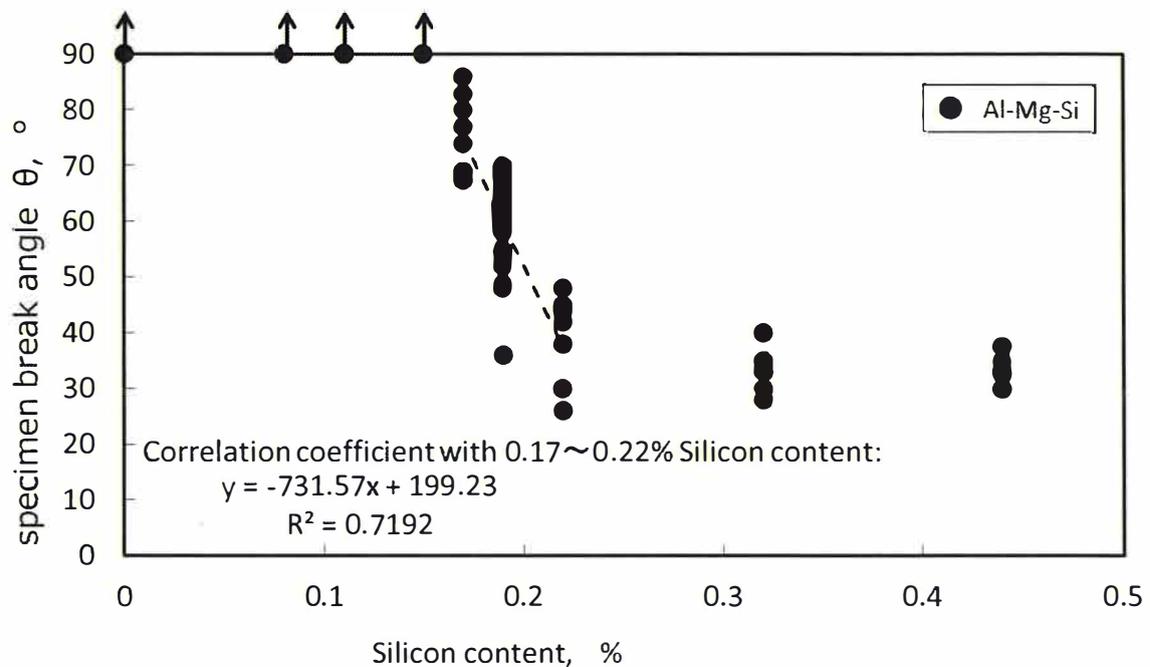


Fig.3.15 Relation between specimen breaking angle(θ) and silicon content with Al-Mg-Si ternary alloy.

Fig.3.16 に、Fig.3.9, Fig.3.12 の試料のうち試料内部に微細な欠陥があった試料を除いた折れ角度の結果を示す。けい素量が 0.17%を超えると試験片が破断し、けい素量が増加すると折れ角度 (θ) は低下する傾向にある。0.17~0.24%Si の範囲でけい素量と折れ角度の相関係数を求めると $R=0.95$ となり、強い相関関係があった。JIS AC7A のけい素量の規格上限値は 0.2%であるので、けい素量が 0.20%以上になる時は、折れ角度が 50° 以下となる。

本実験の結果、溶湯中に含まれるけい素量が K モールド試験片の破断に影響を及ぼすと言える。さらに、K モールド試験片の折れ角度による評価は有効であることから、K モールド試験を用いた破断角度評価法は、AC7A 合金材におけるけい素の混入のスクリーニングに活用できる。

破断角度評価により、破断に至った試料は、けい素量増加により延性が低下しているため、AC7A 合金の溶解において、鋳造工程において発生した湯口、湯道

など返り材の使用を控えると共にきちんとけい素量を分析した方が良い。特に折れ角度が 50° 以下で破断する場合や破断面が淡青色に見える場合は、JIS AC7A のけい素量の規格上限値を超える溶湯と言える。

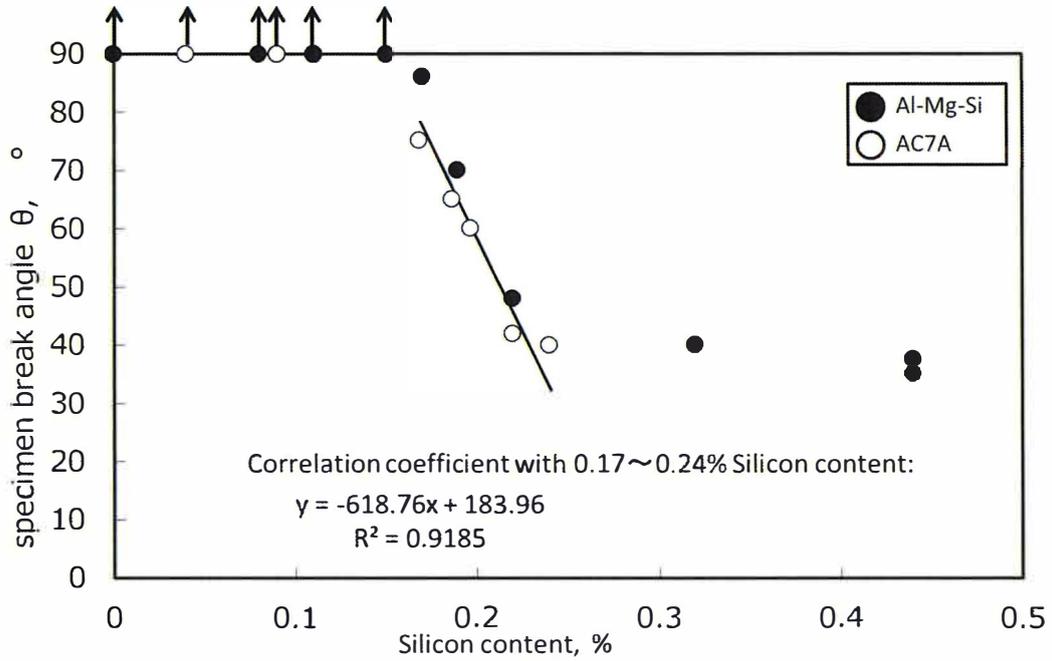


Fig.3.16 Relation between specimen breaking angle(θ) and silicon content at AC7A alloy and Al-Mg-Si ternary alloy.

3.4 結言

本研究では、Al-Mg-Si 三元系合金及び AC7A 合金溶湯中のけい素量を変化させた試料の材質を減圧凝固法と K モールド法により調べた結果、以下の結論を得た。

- 1) 減圧凝固試験では、けい素量を 4.53%まで増加させても、断面観察では、試験片内部に大きな変化が現れなかったが、光学顕微鏡の観察により α -Al 相の粒界に Mg_2Si が確認でき、けい素量が増加すると Mg_2Si 量も増加した。
- 2) K モールド試験では、溶湯中のけい素量が増加すると破断面の粗さが徐々に細くなり、破断面の色が淡青色を示した。
- 3) K モールド試験片の破断試験では、溶湯中のけい素量の増加とともに折れ角度は低下し、0.17%を超えると、試験片が破断した。
- 4) K モールド試験片による破断角度評価法は、AC7A 合金のけい素汚染をもたらす返り材使用のスクリーニングに利用できる。

参考文献

- 1) 一般社団法人素形材センター 平成 28 年度版 素形材年鑑 (2016) 67
- 2) 市川理衛, 黒淵達史 : 鋳物 **41** (1969) 3
- 3) 萩野谷生郎 : 軽金属 **24** (1974) 364
- 4) 萩野谷生郎 : 軽金属 **26** (1976) 131
- 5) 萩野谷生郎, 福迫達一 : 鋳物 **56** (1984) 264
- 6) 岩清水康二, 池浩之, 黒須信吾, 内海宏和, 斎藤壱実 : 日本鋳造工学会第 167 回全国講演大会講演概要集 (2015) 41
- 7) 岩清水康二, 池浩之, 黒須信吾 : 岩手県工業技術センター研究報告第 18 号 (2015) 165
- 8) 北岡山治 : 鋳造工学 **75** (2003) 800
- 9) 軽金属協会編 : アルミニウム鋳鍛造技術便覧, カロス出版 (1991) 139
- 10) 和泉修, 諸住正太郎, 寺沢正式 : 金属組織写真集非鉄材料編, 丸善 (1972) 36
- 11) 安達充, 守部淳, 権田峰夫 : 軽金属 **37** (1987) 446
- 12) 長谷川浩平, 土田裕, 九津見啓之, 三田尾真司, 藤田毅, 荒木健治, 大沢紘一, 新倉正和 : 軽金属 **49** (1999) 107

第4章 JIS AC7A 合金溶湯の減圧凝固試験でのポロシティ発生に及ぼす水素、 介在物の影響

4.1 緒言

Al-Mg 系合金に代表される JIS- AC7A 合金（以下、AC7A 合金）は、高耐食、高靱性の合金としてよく知られている。しかし、AC7A 合金は溶解時、大気中の水分と反応し、溶湯が酸化しやすく、溶解中に溶湯内に生成する酸化物と吸収したガスにより溶湯品質が低下しやすい。この時、溶湯内に吸収する主なガスは水素との報告^{1)~3)}も多く、アルミニウム溶湯中の水素溶解量は、Sievelts の法則より溶解雰囲気中の水素分圧 (P_{H_2}) の平方根に比例することが良く知られている⁴⁾。また、アルミニウム合金の水素溶解量は、固相と液相では異なり、凝固とともに溶湯中の水素原子は、水素分子となりガス化し、固相から液相へ、液相から雰囲気中へ放出される。しかし、鋳造時に十分に放出されずに残存した水素ガスは、ポロシティとなり鋳造品の外観不良や機械的性質を低下させる。このため、溶解後は、十分な脱滓、脱ガス処理による溶湯清浄化と溶湯評価による安定的な溶湯の管理が必要である。

これまで、溶湯のガス発生状況を調べる炉前評価法として減圧凝固試験法⁵⁾~⁷⁾が用いられている。この減圧凝固試験は、溶湯を専用カップに採取し、装置チャンバ内を減圧し凝固させた試料の断面組織を観察し、ポロシティを調べるものである。試験中の試料は、凝固の進行とともに溶湯中の水素を放出するが、放出しきれない水素は凝固試料内部にポロシティとして残存する。これまで減圧凝固試験はガス量評価法として広く利用されているが、試験圧力などの試験条件や介在物がポロシティ発生形態に及ぼす影響についての報告が少ない。また、Al-Mg 系合金は、溶解時に酸化物を生成しやすいとの報告^{8)~11)}も多く、介在物が減圧凝固試験へ及ぼす影響についても不明な点が多い。

そこで、本研究は AC7A 合金の減圧凝固試験法でのポロシティ発生状況を精

度よく評価するために、溶湯条件や試験条件を変化させて得られた減圧凝固試験料を用いて AC7A 合金のポロシティ発生に及ぼす溶湯温度、試験圧力や介在物量の影響について検討することを目的とした。

4.2 実験方法

Table 4.1 に、本実験で用いた AC7A 合金の組成を質量分率で示す。溶解は、約 2.5kg をクレイボンド #10 のつぼに充填し、誘導加熱炉で行った。

はじめに溶解温度が減圧凝固試験の結果に及ぼす影響を調べるため、溶湯採取温度を変化させ、5.3kPa の試験圧力で減圧凝固試験を行った。溶湯は、923K～1123K で溶解し、それぞれの目標溶解温度到達後、5 分保持し溶湯を採取した。

溶湯は、インゴットのみを溶解し、溶解後の脱ガス及び脱滓処理を行っていない。

Table 4.1 Chemical composition of aluminum alloy for this experiment.

(mass%)					
Si	Mg	Zn	Fe	Mn	Al
0.05	4.09	0.03	0.09	0.02	Bal.

また、**Fig.4.1** に示すように減圧凝固試験中の試料に K 熱電対を挿入し、データロガーにより試験中の試料の冷却曲線を採取した。

次に、溶湯中の清浄度を変化させるため、AC7A 合金インゴットを溶解した溶湯重量に対し 0.2% のフラックスを添加し、直径 6mm のアルミナ製ランスパイプでアルゴンガスを 0.2m³/min の流量で 10 分吹き込みと 5 分の沈静による溶湯処理を行った。その後、水に浸した耐火断熱れんがを溶解中にあるつぼ上部へ 10～20min 設置し、ガス吸収させた溶湯を作製した。

ポロシティ発生に及ぼす水素量、介在物量の影響を調べるための減圧凝固試験では、溶湯温度を 1023K とし、試験圧力を 2.7～8.0kPa と変化させた。

いずれの実験においても、アルミニウム溶湯との反応を避けるために、減圧凝固試験専用の鋼製カップの表面に黒鉛と窒化ほう素を塗布し、乾燥させた。鋼製カップは、溶湯採取時に溶湯温度が低下しないよう事前に 873K に保持した炉中で保温し、採取時は、溶湯表面で十分温めた。採取前に溶湯表面の酸化膜を除去し、約 80g の溶湯を鋼製カップに採取し、すばやく装置に設置し、試験を行った。大気圧から所定の圧力に達する時間は、約 30s である。減圧凝固試験後の凝固試料は、アルキメデス法による水中秤量で密度を測定した。その後、内部に発生したポロシティを確認するため、試料の中央部から垂直方向に切断し、切断面を #600 のエメリー紙で研磨仕上げした後、5%塩化第二銅溶液にてエッチングし、マクロ組織を目視にて観察した。また、介在物量測定と水素ガス量分析のために減圧凝固試験の試料サンプリング直後に K モールド鑄型及びランズレー鑄型に鑄造し、介在物量を K モールド法により測定と水素ガス量を不活性ガス融解-熱伝導度法により分析した。

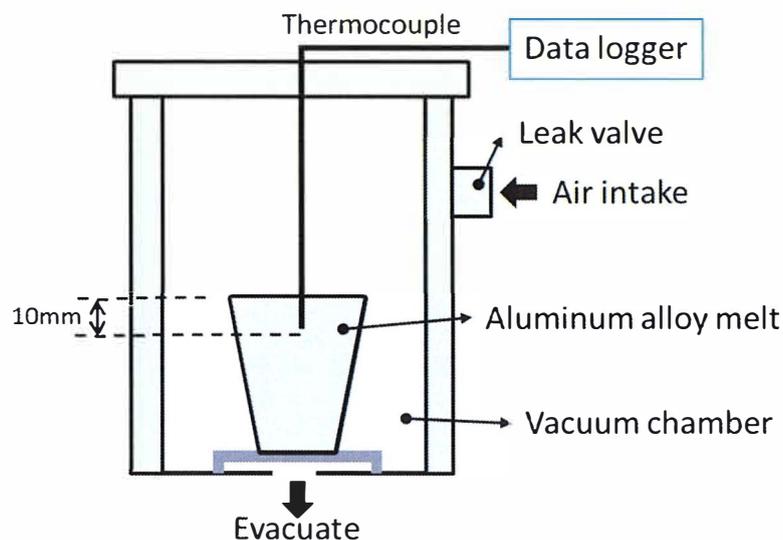


Fig.4.1 Schematic illustration of molten metal temperature measurement method in reduced pressure test.

4.3 実験結果及び考察

4.3.1 溶湯温度の影響

Fig. 4. 2に、溶解温度を 923~1123K に変化させた溶湯を試験圧力 5.3kPa で減圧凝固試験を行った場合の冷却曲線と比較のために溶解温度 1023K で採取した溶湯を大気圧で凝固させた場合の冷却曲線を示す。どの溶湯においても、溶湯温度は、溶湯採取後から試験開始までに約 35K 低下していた。本合金の初晶晶出温度は、906K 付近であるが、1123K 及び 1073K で採取した溶湯は、試験開始後約 70 秒で初晶晶出温度に到達している。また、採取温度が低下すると凝固開始時間が早まり、923K で採取した溶湯は、試験開始時には既に初晶晶出温度に達していることから、溶湯中に固相を晶出させた状態で減圧凝固試験を開始したと考えられる。なお、溶解温度が 1023K の溶湯を大気で凝固させた時の冷却速度と試験圧力 5.3kPa で凝固させた溶湯の冷却速度には違いは見られなかった。

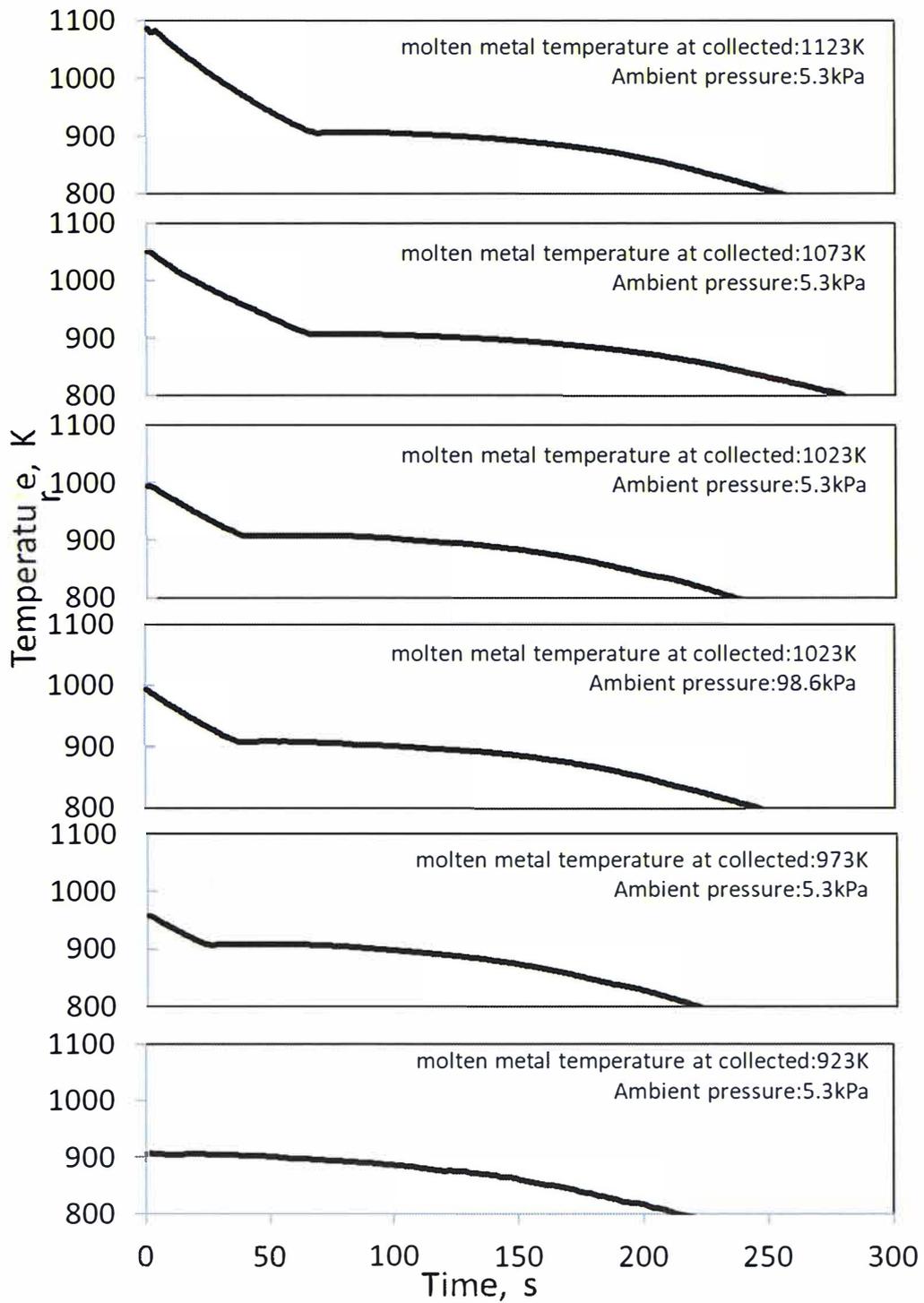


Fig.4.2 Cooling curves in reduced pressure test by molten metal with varying melting temperature.

Fig. 4.3 に, 溶解温度を変化させた試料の研磨後とマクロエッチングした断面組織及び密度を示す. すべての試料断面にポロシティが分散発生していた. ポロシティの分散発生は, 本合金の凝固形態が固液共存温度範囲の広い粥状の凝固形態を示すことが影響していると考えられる. 合金の凝固にともない固相から液相へと放出されるガスは, 固液共存温度範囲が広いことから, 固相率の増加とともにデンドライト間に捕集されてポロシティを形成し, 凝固の進行とともに成長することで試料内部に分散発生すると考えられる. しかし, 溶解温度により, 発生したポロシティの形状に違いが見られる. 溶湯温度が最も低い 923K で採取した試料内部のポロシティは, 他の温度で採取した試料と比較すると, ポロシティの発生数が多く, ポロシティの形状も球状に近い. 溶湯採取温度が上昇するとポロシティはやや粗大化し, ひげ巣のような形状へと変化している. さらに, マクロエッチング後の試料断面を観察すると 923K と 973K の試料は, 1023K, 1073K, 1123K の試料より, 結晶粒が微細である. 973K で採取した溶湯の試料断面は, 外周部の組織が微細であり, 最終凝固部である中央上方が外周部と同様に組織がやや微細である. 923K は, 内部組織全体が微細化されている. これは, Fig.4.2 で示す通り, 試験開始時にすでに初晶晶出温度より低下しており, 凝固核が生成されていたためと考えられる.

Fig. 4.4 に, 試料断面に発生したポロシティの面積率と溶湯中の水素ガス量との関係を示す. 973K から 1123K へ温度が上昇してもポロシティ面積率には大きな変化が見られないが, 923K で採取した試料の断面に発生したポロシティ面積率は他と比較すると高い値を示している. しかし, 溶湯中の水素量を測定した結果, 0.15mL/100g- Alと他の試料より低い値であった. このことから前述の通り, 試験開始時には凝固が開始していることで溶湯中の水素が固相に捕捉され雰囲気中への放出が遅れたため, 溶湯中の水素量との相関が得られなかったと

考えられる。そこで、以降の実験は、溶湯温度を 1023K にて実験を進めることとした。

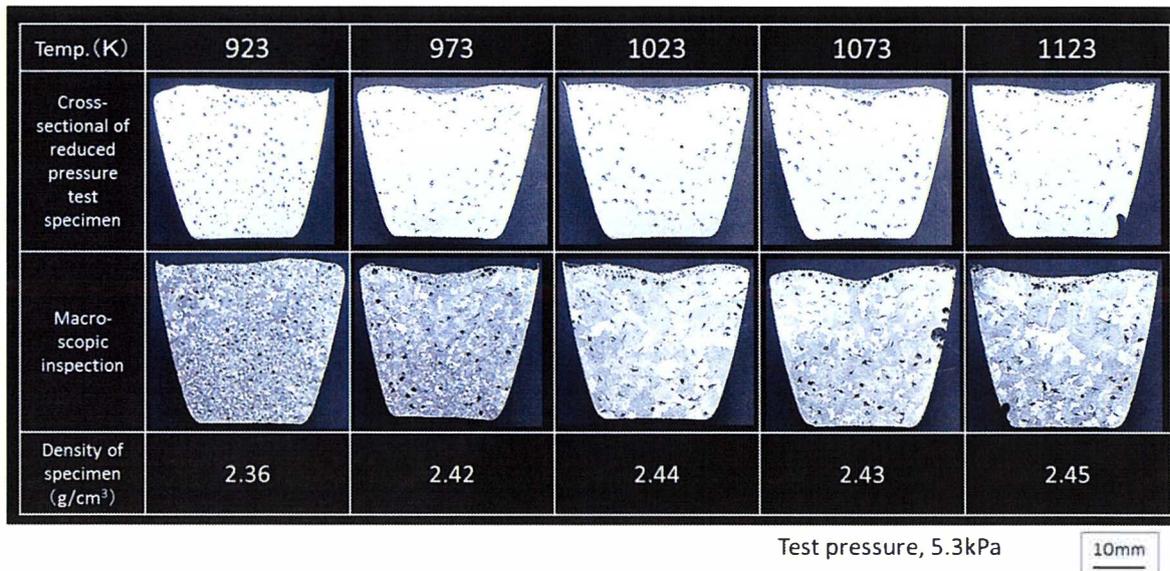


Fig.4.3 Cross-sectional macrostructures and density of reduced pressure test specimen with varying melting temperature.

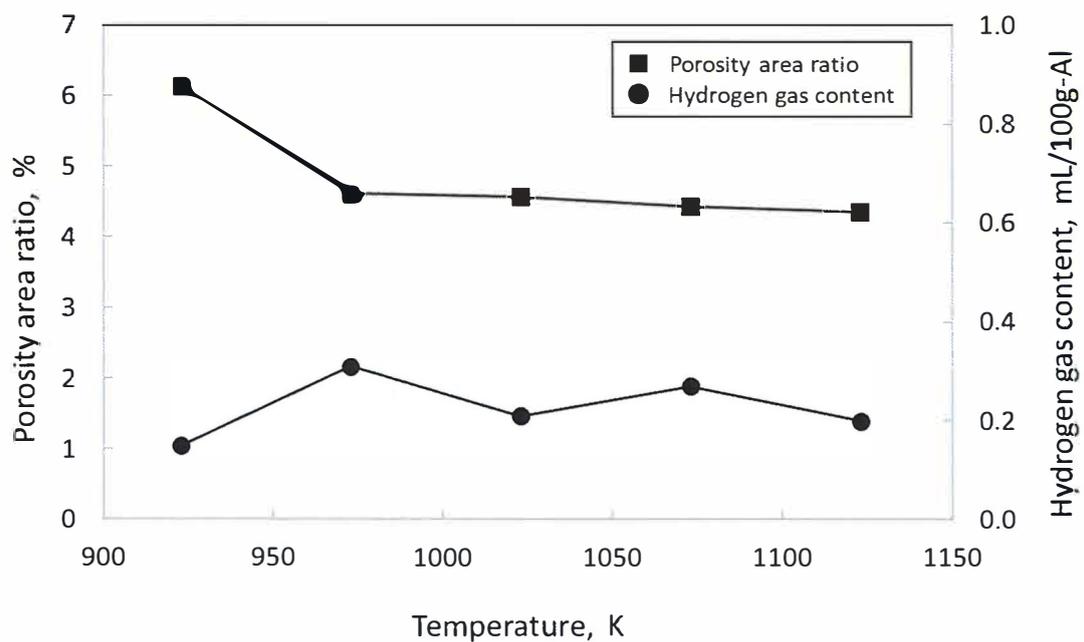


Fig.4.4 Relationship between melting temperature and porosity area ratio in reduced pressure test specimen and hydrogen gas content in molten metal.

4.3.2 試験圧力，水素量，介在物量の影響

Fig. 4.5 に、溶湯中の清浄度を変化させた溶湯の試験圧力と減圧凝固試料の密度との関係を示す。図中の(a)は溶解後に脱ガス処理を行った溶湯，(b)はインゴットを溶解したのみの溶湯である。インゴットを溶解したのみの溶湯(b)は、溶解後に脱ガス処理を行った溶湯(a)と比較し、密度が低い。またインゴットを溶解したのみの溶湯(b)は、試験圧力 5.3kPa から 2.7kPa に低下するにつれて徐々に密度が低下していた。これに対し、溶解後に水に浸した耐火断熱レンガを 10～20min づつ上部へセットした(c)～(e)の溶湯は、試験圧力が低下すると密度が大きく変化した。また、試料(c)と試料(d)は、試験圧力 5.3kPa では両者の密度が 2.40g/cm^3 であり、試験圧力 4.0kPa では、試料(c)の密度が 2.30g/cm^3 、試料(d)の密度が 2.27g/cm^3 とほぼ同等であるが、試験圧力 2.7kPa では、試料(c)の密度が 2.13g/cm^3 、試料(d)の密度が 1.99g/cm^3 と大きな変化が見られた。また、溶解後に水に浸した耐火断熱レンガを 10～20min づつ上部へセットした試料(c)～(e)は、試験圧力が 5.3kPa 以下となると密度が著しく低下した。

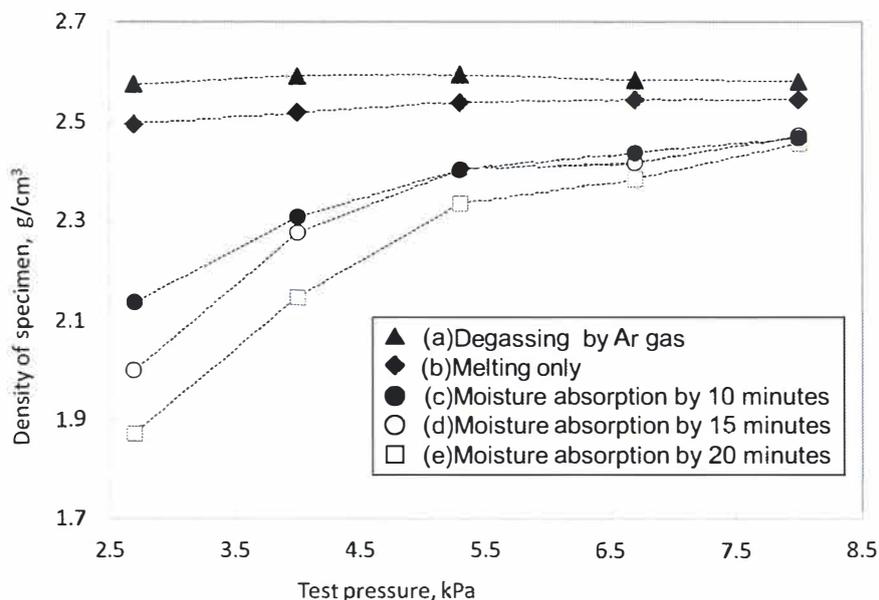


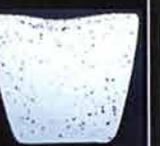
Fig.4.5 Relation between test pressure and density of specimen in reduced pressure test.

Fig. 46 に、試験圧力 2.7~8.0kPa と変化させた試料の断面組織とポロシティの面積率を示す。

溶解後に脱ガス処理を行った試料(a)は、ポロシティの発生量が少なく、試料上部がひけている。また、試験圧力 4.0~8.0kPa の試験結果に大きな変化が見られない。しかし、試験圧力 2.7kPa の試料断面には、わずかにポロシティが確認でき、ポロシティ面積率も約 2 倍に増加しているが、溶湯条件を変化させた他の試料と比較し、ポロシティ面積率は低い。

インゴットを溶解したのみの試料(b)は、試験圧力の違いによる試料断面形状に大きな違いが見られないが、試験圧力が低下すると内部に発生したポロシティ量が増加し、ポロシティ粒径も大きくなっている。また、試験圧力の低下とともにポロシティ面積率が増加している。試験圧力 2.7kPa の試料内部のポロシティ形状は、ひけに近い形状であり、上部は、ガス欠陥に近い形状となっている。

溶解後に水に浸した耐火断熱れんがを 10~20min づつ上部へセットした試料(c)~(e)は、試験圧力が 5.3kPa から 2.7kPa に低下すると、試料上部が徐々に膨らみ、内部に発生するポロシティの大きさが粗大化する傾向にある。特に、試料 (d)、試料 (e) の試験圧力 2.7kPa における試験結果は、試験圧力 4.0kPa の試験結果と比較し、ポロシティの大きさが著しく粗大化し、上部のポロシティが連結し空洞化した状態となっている。さらに、試験圧力 2.7kPa の試料(e)の上部は、開孔している。これは、試料の凝固にともない試料表面に凝固膜が形成されるが、液相から放出された水素が上部に粗大なポロシティを形成し、その背圧により溶湯表面を押し上げられ、表面の凝固膜を破ることで破裂したと考えられる。

Molten alloy treatment	Test pressure (kPa)				
	2.7	4.0	5.3	6.7	8.0
(a) Degassing by Ar gas					
Ratio of porosity area(%)	1.02	0.43	0.41	0.39	0.44
(b) Melting only					
Ratio of porosity area(%)	6.30	4.49	1.57	2.16	1.22
(c) Moisture absorption by 10 minutes					
Ratio of porosity area(%)	16.93	10.63	5.63	4.66	2.77
(d) Moisture absorption by 15 minutes					
Ratio of porosity area(%)	20.52	10.00	6.21	4.98	3.51
(e) Moisture absorption by 20 minutes					
Ratio of porosity area(%)	30.03	16.87	8.29	7.23	4.28

20mm

Fig.4.6 Cross-sectional macrostructures and porosity area ratio of reduced pressure test specimen with varying test pressure.

Fig.4.7 に、各試料の試験圧力と密度及び水素量の関係を示す。溶解後に脱ガス処理を行った試料(a)は、水素量が 0.07~0.12mL/100g-Al であり、密度は 2.57~2.59g/cm³であった。これに対し、インゴットを溶解したのみの試料(b)は、水素量が 0.15~0.22mL/100g-Al であり、試料(a)と比較し約 2 倍となり、密度は、2.49~2.53g/cm³で試料(a)よりやや低下している。この試料(a)及び(b)の結果より、溶湯中の水素量が 0.1 mL/100g-Al 程度であると試験圧力の違いによる密度に大きな変化が見られないが、溶湯中の水素量が 0.2 mL/100g-Al 程度まで増加すると試験圧力の低下にともない密度がやや低下し、試料内部に発生するポロシティが増加することが分かる。しかし、このポロシティ発生量の増加は、溶湯中のわずかな水素量の増加だけではなく、試験圧力の影響も考えられる。

試験圧力を考慮すると、アルミニウム合金におけるポロシティ生成の条件は、一般的に[4.1]式で表される¹²⁾。

$$P_g - P_s \geq 2\gamma/r + P_a + P_h \quad [4.1]$$

ここで、 P_g : ポロシティの内圧、 P_s : 収縮負圧、 γ : アルミニウムの表面張力、 r : ポロシティの半径、 P_a : 大気圧、 P_h : 溶湯の静水圧である。

式 (1) よりポロシティの生成は、大気圧の影響を受けることが分かる。含有する水素量が同等の溶湯でも、減圧凝固試験のチャンバ内の雰囲気圧力が低い場合、ポロシティは生成しやすく、ポロシティ径も大きくなることになる。

一方、溶解後に水に浸した耐火断熱れんがを 10~20min 待つ上部へセットした試料(c)~(e)は、溶解中に溶湯へガス吸収されることから試料(a)及び(b)と比較すると、水素量がやや多くなっている。しかし、試験圧力 2.7~5.3kPa における試料(c)及び試料(e)の水素量は、試料(c)が 0.25~0.26mL/100g-Al、試料(e)が 0.26~0.28mL/100g-Al とわずかに試料(e)の方が多いが、密度は試料(e)が試料(c)と比較すると低くなり、Fig.4.6 の断面組織観察の結果でもポロシティの大きさに違いがある。また、試験圧力 2.7kPa における試料(b)の水素量は、0.22mL/100g-Al、

試料(d) の水素量は、0.21mL/100g-Al であるが、密度は、試料(d)の方が大きく下回っている。試料(c)~(e)の密度の低下は、前述の[4.1]式や水素量の変化だけではないことが考えられる。

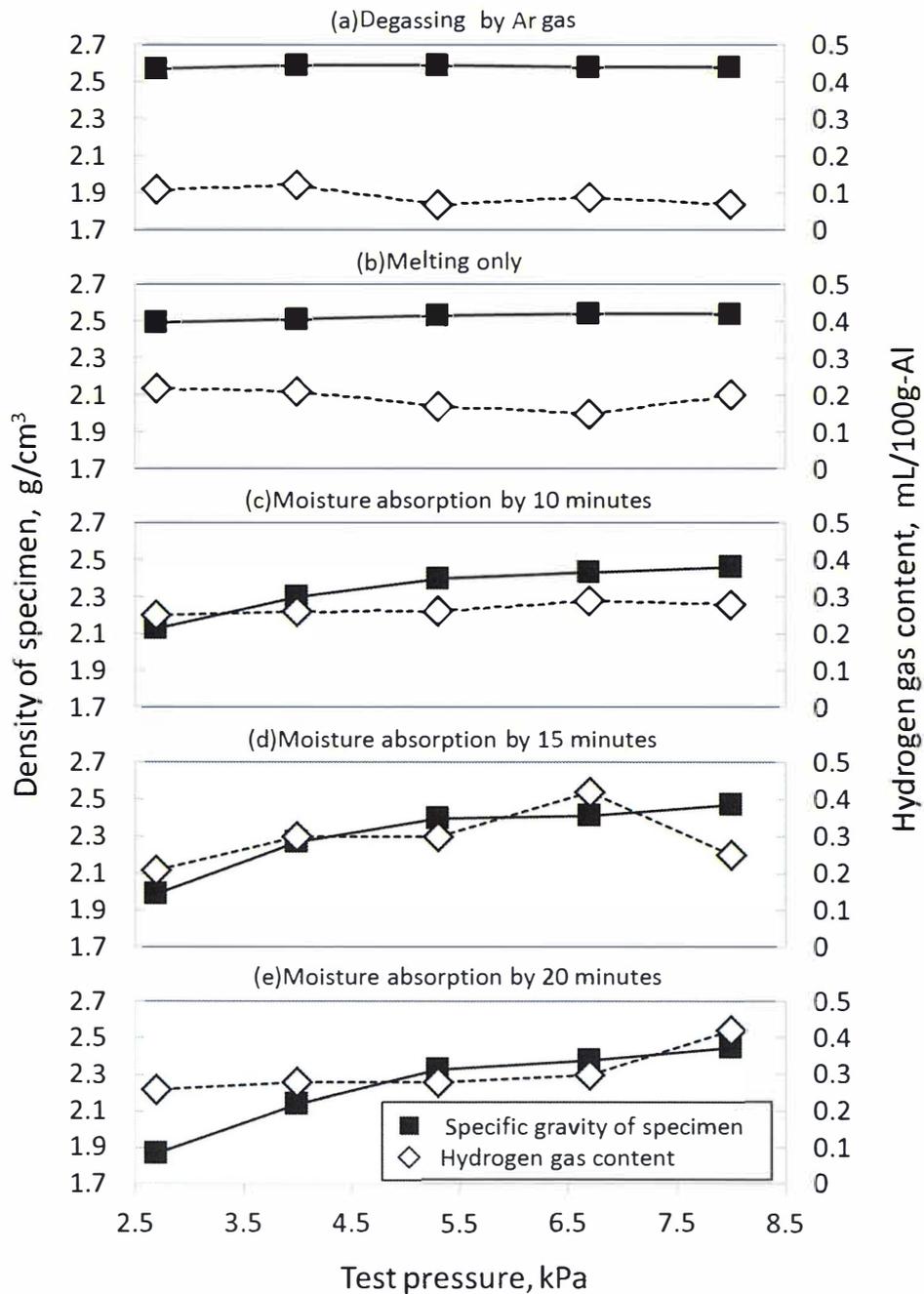


Fig.4.7 Relationship between test pressure and hydrogen gas content and density of specimen.

そこで、Fig.4.8 に、試料(c)~(e)の溶湯中の介在物量と試験圧力の関係を示す。溶解後に水に浸した耐火断熱レンガを 10~20min づつ上部へセットし、溶湯の吸湿時間が長い試料ほど、溶湯中の介在物量が増加する傾向にある。また、試験圧力 2.7 及び 4.0kPa の試料の密度の低下は、介在物量にも影響していると考えられる。

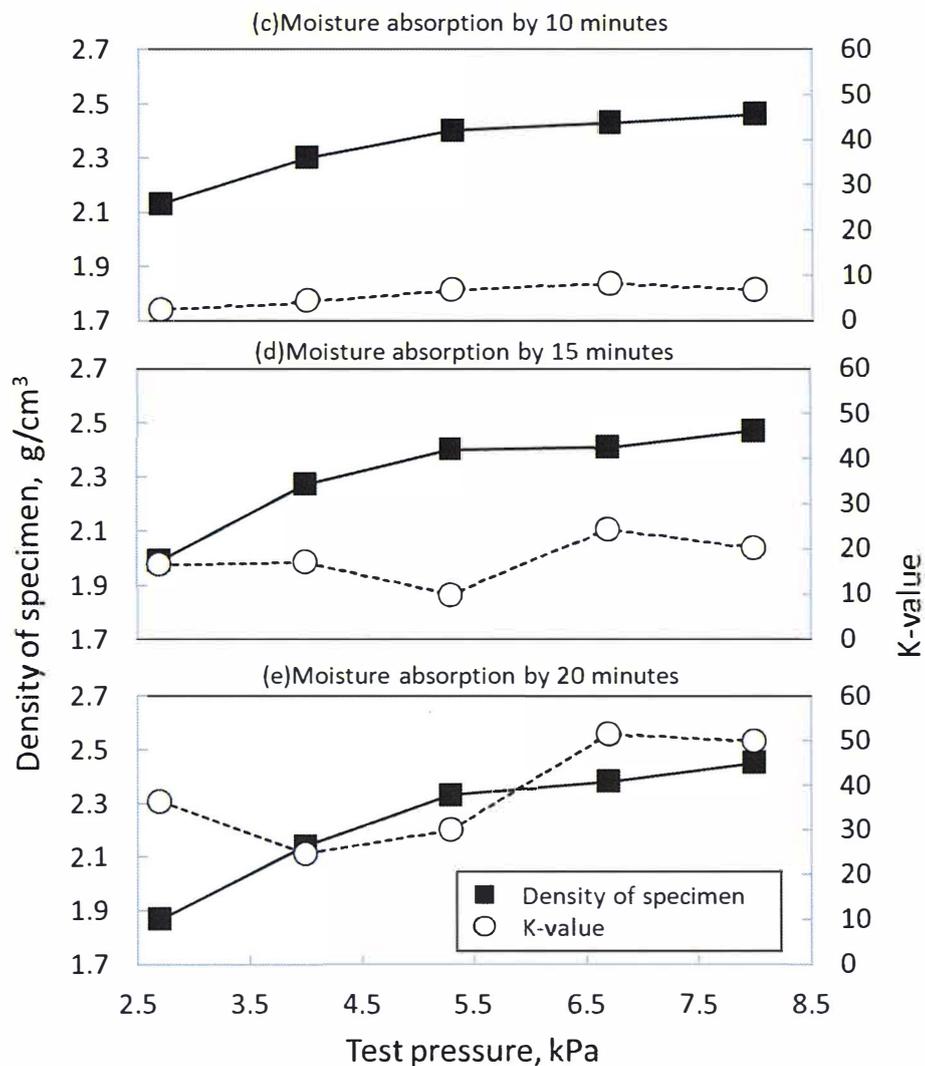
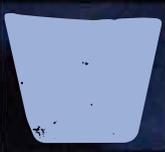


Fig.4.8 Relationship between test pressure and density of specimen and inclusion content in absorbed molten metal.

本実験では、水素量、介在物量を変化させた溶湯で試験圧力を変更し、減圧凝固試験を行ったところ、試験圧力 2.7kPa において試料の密度は、水素量に加え

て介在物とも関連性があることが明らかになった。そこで、**Fig.4.9** に、試験圧力 2.7kPa での各試料の水素量、試料断面組織、K 値、ポロシティ面積率、密度を示す。インゴットを溶解したのみの溶湯試料(b)及び耐火断熱れんがを 15 min セットした試料(d)は、水素量がほぼ同等であるが、介在物量は試料(d)の方が約 10 倍多い。この試料断面を観察すると試料(d)は、試料(b)と比較し、結晶粒が細かく、試料上部が膨らみ、内部に発生したポロシティの数が多く、また、ポロシティ粒径も粗大化している。ポロシティ面積率も試料(d)は、試料(b)の約 3.5 倍となっている。さらに、耐火断熱れんがを 10 min セットした試料(c)及び耐火断熱れんがを 20 min セットした試料(e)も溶湯中の水素量は、同等であるが、ポロシティの多い試料(e)の介在物量が、ポロシティの少ない試料(c)と比較して、約 15 倍となっている。アルミニウム合金の溶湯中の介在物がポロシティの生成核となるとの報告もある^{13) 14)}が、本実験における AC7A 合金においても、溶湯中の介在物量が増加するとポロシティ発生数を増加させ、溶湯中より放出された水素ガスを捕集することでポロシティを粗大化させたと考えられる。また、介在物量の多い溶湯は、結晶粒が微細化する傾向にあるが、これは、溶解時に溶湯へ混入した介在物が凝固時に異質核生成作用による核生成サイトとなり、混入した介在物量が多いほど結晶核が増加し、結晶粒が微細化される要因の一つと考えられる。**Fig.4.10** は、試験圧力 2.7kPa と 4.0kPa の試料断面に発生したポロシティ面積率と水素量の関係と各試料の K 値を示す。水素量が増加するとポロシティ面積率が上昇する傾向にあるが、介在物量の増加もポロシティ面積率の増加に影響を及ぼすことが分る。

Molten alloy treatment	(a) Degassing by Ar gas	(b) Melting only	(c) Moisture absorption by 10 minutes	(d) Moisture absorption by 15 minutes	(e) Moisture absorption by 20 minutes
Hydrogen gas content (mL/100g-Al)	0.11	0.22	0.25	0.21	0.26
Cross-section of reduced pressure test specimen					
K-value	0.9	1.6	2.5	16.6	36.4
Ratio of porosity area(%)	1.0	6.3	16.9	20.5	30.0
Density of specimen (g/cm ³)	2.57	2.49	2.13	1.99	1.87

10mm

Fig.4.9 Cross-sectional macrostructures and hydrogen gas content, inclusion content, porosity area ratio and density of specimen at test pressure of 2.7MPa.

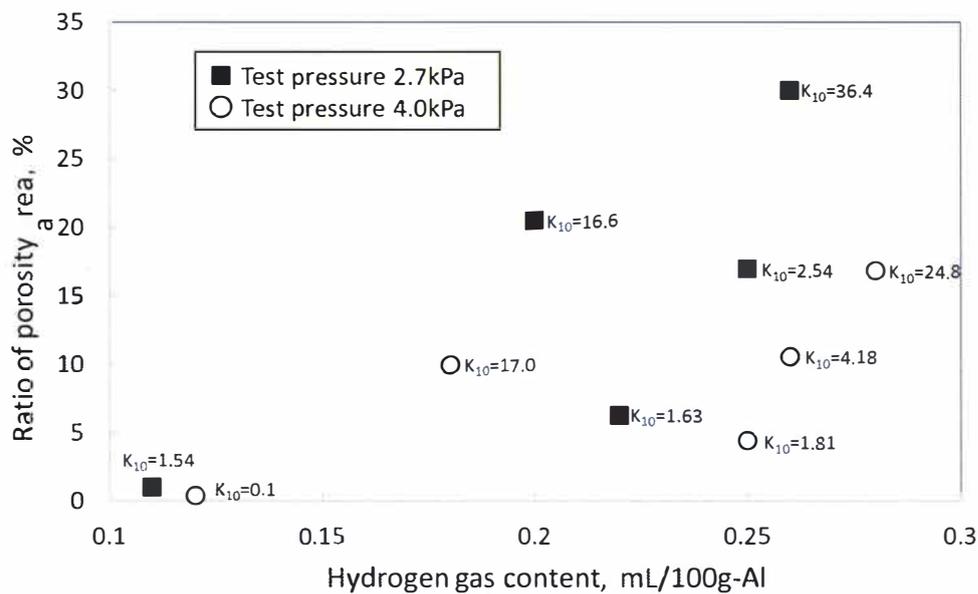


Fig.4.10 Relationship between hydrogen gas content and ratio of porosity area of specimen at test pressure of 2.7MPa and 4.0MPa.

Fig.4.11 に、試験圧力 2.7kPa の試料に発生した特徴的なポロシティの SEM 画

像を示す。Fig.4.11(i)は、球状のポロシティ形態を示し、デンドライトがポロシティ外周を覆うように発生しており、ガス欠陥に近い形状を示す。Fig.4.11(ii)は、内部にデンドライトの成長が確認でき、成長したデンドライトの間に空隙が確認できることから、凝固収縮によるひけの影響が強いと考えられる。Fig.4.11(iii)は、試料上部に発生したポロシティである。Fig.4.11(i)と形状が類似し、球状に近いポロシティ形態であるが、内部が背圧により破れ隣接するポロシティと結合したように見える。内部を観察すると、ポロシティ下部に周辺のデンドライトと比較し、微細な粒状の晶出物が確認できる。

Fig.4.12 に、Fig.4.11 (iii) の内部に確認された粒状の晶出物の SEM 観察と面分析の結果を示す。この晶出物は、周辺のデンドライトと比較すると、微細であり、分析の結果からマグネシウム、アルミニウムを主とした酸化物であることが分かる。この酸化物は、溶解中に形成された粗粒子状の MgO が混入したものと考えられ、この酸化物については萩野谷らも Al-Mg 合金において同様に MgO が生成すること、さらに水蒸気は MgO に吸着すると報告¹⁰⁾している。ここにおいて、合金成分中のマグネシウムは、大気中の水蒸気と[4.2]式のように反応し、溶湯中に酸化物を生成し水素ガスを吸収する。



K 値の高い溶湯による減圧凝固試料内部に発生したポロシティには、内部に酸化物と考えられる異質物が多く観察できる。このことから、水素量が同等であっても介在物量が多い溶湯の方が、内部に発生したポロシティが粗大化している理由として、溶湯中の酸化物が増加すると、凝固過程において放出されたガスの一部が、酸化物などの介在物に捕集され、ポロシティが粗大化、試料内部に分散発生すると考えられる。

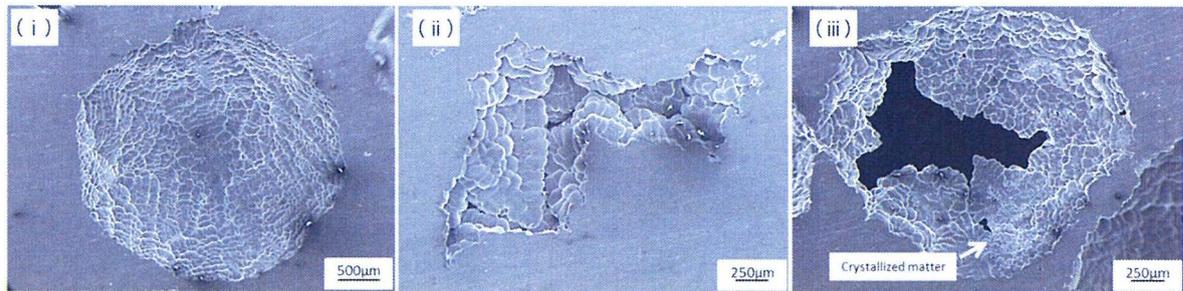


Fig.4.11 SEM photographs of porosities generated in cross section of reduced pressure test specimen.

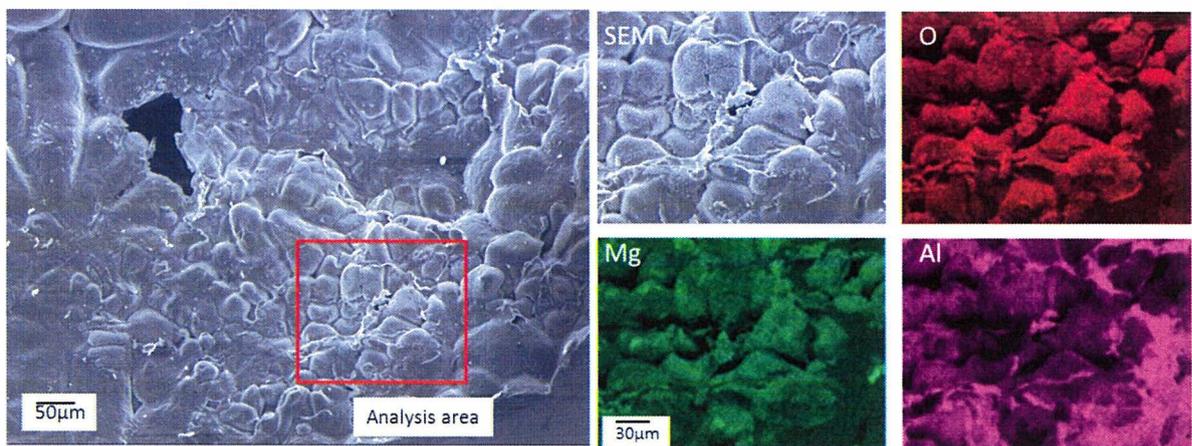


Fig.4.12 SEM photographs of porosity generated inside test specimen and surface analysis by EDS.

Fig.4.13 に、これらの結果を基にした AC7A 合金による減圧凝固試験のポロシティ発生形態のモデル図を示す。溶湯中の水素量，介在物量が少ない溶湯は，試料内部にポロシティの発生は少なく，試料上部はやや引ける傾向にある（Type A）。水素量が増加すると試料内部及び上部にガス化した水素によるポロシティとひけ状のポロシティが発生する（Type B）。溶湯中の水素量が低く，介在物量が増加した溶湯による試験結果は，試料内部に比較的細かなポロシティが分散発生する（Type C）。溶湯中の介在物量，水素量がさらに増加すると試料内部には，種々の大きさのポロシティが分散発生し，試料上部全体が大きく膨らむ（Type D）。

以上のことから、本合金の場合、溶湯中の水素は、介在物が多いと介在物がポロシティ生成核となり、最終凝固部への放出を妨げられ、試料内部に分散発生したポロシティが粗大化すると考えられる。

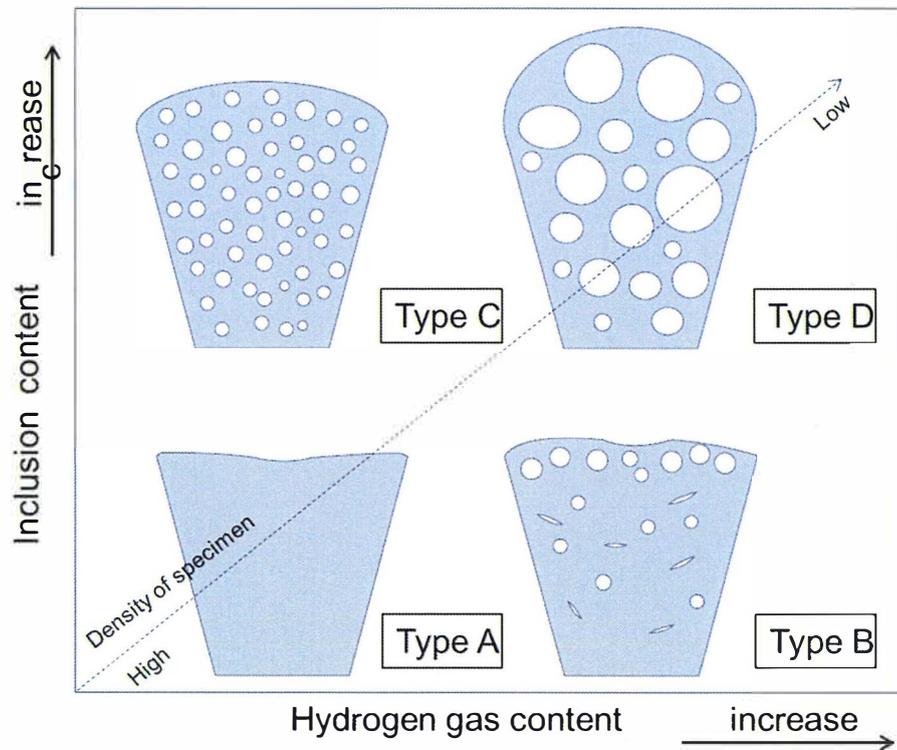


Fig.4.13 Schematic illustration diagram of porosity generation form.

4.4 結言

本研究では、減圧凝減固試験における AC7A 合金のポロシティ発生状況に及ぼす試験温度、試験圧力、水素量や介在物量の影響を調べた結果、以下の結論を得た。

- 1) 溶湯温度が 973K より高い溶湯では、密度とポロシティ面積率に大きな違いが見られなかったが、溶湯温度が 923K では、水素量が 0.15mL/100g-Al と最も低い、密度は低下し、ポロシティ面積率が上昇した。
- 2) 溶湯中の水素量が 0.07~0.12mL/100g-Al の溶湯は、減圧凝固試験の試験圧力を変化させても密度に大きな違いはない。
- 3) 試験圧力 2.7~4.0kPa では、水素量が増加するとポロシティが粗大化し、発生量も増加する。
- 4) 溶湯中の水素量が同等の溶湯でも、介在物量が多い溶湯は、ポロシティが粗大化する。

参考文献

- 1) 今林守, 富田耕平, 岩村霽郎 : 軽金属 16 (1966) 175
- 2) 大西忠一 : 軽金属 39 (1989) 235
- 3) 金森陽一, 樋尾勝也, 尾上豪啓, 中村創一 : 三重県工業研究所研究報告 37(2013)
81
- 4) 軽金属協会編 : アルミニウム鋳鍛造技術便覧 (カロス出版) (1991) 97
- 5) 大谷文太郎 : 軽金属 9 (1959) 62
- 6) 西成基, 品田与志栄, 黒淵達史 : 軽金属 24 (1974) 89
- 7) 北岡山治 : 鋳造工学 85 (2013) 697
- 8) 市川理衛, 黒淵達史 : 鋳物 41 (1969) 3
- 9) 萩野谷生郎 : 軽金属 24 (1974) 364
- 10) 萩野谷生郎 : 軽金属 26 (1976) 131
- 11) 萩野谷生郎, 福迫達一 : 鋳物 56 (1984) 264
- 12) 栗野洋司, 森本一史, 清水吉広, 高宮博之 : 豊田中央研究所 R&D レビュー
27 (1992) 51
- 13) 品田与志栄, 上田倣完, 西成基 : 軽金属 33 (1983) 445
- 14) 今林守, 郭曙勤, 市村稔 : 軽金属 35 (1985) 79

第5章 JIS AC4CH 合金溶湯の減圧凝固試験でのポロシティ発生に及ぼす水素、介在物の影響

5.1 緒言

アルミニウム合金は、溶解時、大気との接触やプロパンガス、重油など水分を含む燃料から溶湯中にガスを吸収しやすい¹⁾。これら溶湯に吸収されるガスは主に水素であり²⁾、溶湯中においては、水素原子に分解され、溶湯に吸蔵される。これら水素は、固体中のアルミニウム合金への固溶度は非常に小さく、多くの水素は、凝固時に再び水素ガスとなって大気へ放出される³⁾。しかし、凝固速度の影響や溶湯中の水素量が高く大気へ放出しきれない水素ガスは、凝固後の製品内部にポロシティとして発生し、外観不良や合金の特性を低下させる。

一方、アルミニウム合金鋳造現場では、炉前で溶湯中の水素量評価法として減圧凝固法^{4, 5)}が広く利用されている。減圧凝固法は、溶湯を専用小るつぼに採取し、真空チャンバで溶湯を凝固させ、溶湯中のガスをポロシティとして発生させる。凝固後の試料の膨らみ方や中央部を切断し、内部に発生したポロシティを目視で観察することで溶湯中のガス量を評価する。減圧凝固法は簡便な手法ではあるが、ポロシティ発生形態にばらつきが生じ、評価が困難である。

このことから、著者らは、Al-Si 共晶系に近い組成である ADC12 合金による溶湯中のガス、介在物がポロシティ発生形態に及ぼす影響を検討した⁶⁾。その結果、ポロシティ発生形態は、ガス量、介在物量の違いだけではなく、合金の凝固形態も影響することが分かった。

そこで本研究では、AC4CH 合金の減圧凝固法による評価精度向上のためにポロシティ発生形態に及ぼすガス、介在物と試験圧力の影響について調べ、AC4CH 合金の減圧凝固試験によるポロシティ発生形態を検討することを目的とした。

5.2 実験方法

Table 5.1 に本実験で用いた合金組成を示す。この合金は、JIS アルミニウム鋳物用合金 AC4CH で、固液共存相の広く粥状の凝固形態である。この合金を #10 黒鉛るつぼに約 2.5kg 充填し、抵抗式電気炉で溶解した。

Table 5.1 Chemical composition of aluminum alloy for this experiment.

(mass%)						
Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Ti	Al
7.05	0.01>	0.41	0.10	0.01>	0.17	Rem.

本実験での溶解線図と試料採取箇所を Fig.5.1 に示す。本実験では、介在物、ガスの影響を検討することから以下の溶湯を作製し、試料を採取した。

- ①介在物量，ガス量の少ない溶湯
- ②介在物量が多く，ガス量の少ない溶湯
- ③介在物量が少なく，ガス量が多い溶湯
- ④介在物量，ガス量が多い溶湯

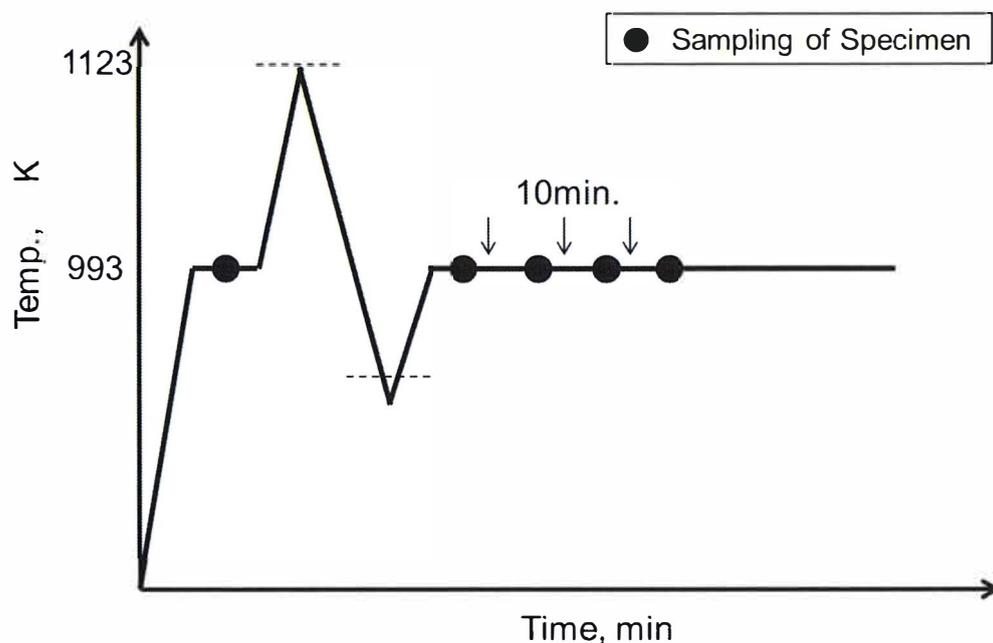


Fig.5.1 Melting process and specimen sampling point.

溶湯温度は、砂型鑄造時の溶解工程を参考にした。操業時、材料は、高温にて急速に加熱溶解されることを想定し 1123K まで上昇させた。その後、操業停止時を想定し、一旦、凝固させ再溶解後溶湯採取、その後、保持炉を想定し、10min の保持を経て採取、脱滓処理後、再度採取した。採取温度は、砂型鑄造における溶解温度、保持温度を参考に 993K で一定にした。

溶湯中のガス量は、溶解時に吸湿した耐火れんがを溶湯上に 10~20min 設置することで増加させた。減圧凝固試験は、予熱した専用小るつぼで溶湯を約 80g 採取し、素早く Fig.5.2 の減圧凝固装置のチャンバ内へ設置し、減圧下で凝固させた。減圧凝固試験における試験圧力は、通常、5. kPa で行っているが、ポロシティ発生形態に及ぼす試験圧力の影響を検討するため、同一の溶湯による試験圧力を 101.3kPa, 26.6kPa, 13.3kPa, 5.3kPa, 2.6kPa と変更し、試験を行った。その後、凝固した試料を水中秤量にて密度を測定し、垂直方向に中央部を切断、SiC 耐水研磨紙で#600 まで研磨後、観察と走査型電子顕微鏡 (SEM) による観察と面分析を行った。

介在物は、実験に用いた同合金の切削くずを溶湯に添加し、介在物量を増加させた。汎用旋盤で切削くずを作製し、773K の電気炉で 1 時間焼成した。その後、ハンマで破碎し、目開き 1 mm の篩でふるいわけし、粒径 1mm 以下の切削くずを使用した。切削くずは、溶解重量に対し、5%、10% を溶解開始から添加した。介在物量の判断には、K モールド法⁶⁾を用いた。減圧凝固試料採取後、直ちに鑄型に溶湯を流し、板状に鑄造し、ハンマで 5 片に破断して介在物について破面観察を目視で行った。その際、確認した介在物数を測定し、[5.1]式により K 値を求めた。その結果、K 値の高い溶湯を介在物量の多い溶湯と判断した。

$$K = S/n \quad [5.1]$$

K : 1 小片に認められる介在物数 (ヶ/片)

S : n ヶの小片に認められた介在物数の合計 (ヶ)

n : 観察した小片の数 (片)

更に、溶湯中の水素量を測定するため、減圧凝固試料、K モールド鋳型の採取と同時にランズレー鋳型へ注湯した。

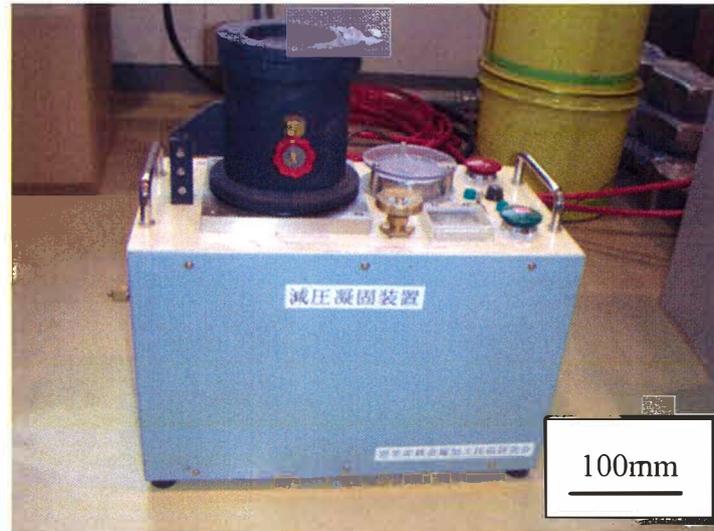


Fig5.2 Equipment of reduced pressure test apparatus.

5.3 実験結果と考察

5.3.1 ポロシティ発生形態

Fig.5.3 に減圧凝固試料の密度と断面に発生したポロシティ面積率の関係を示す。ポロシティ面積率が増加すると密度が低下した。

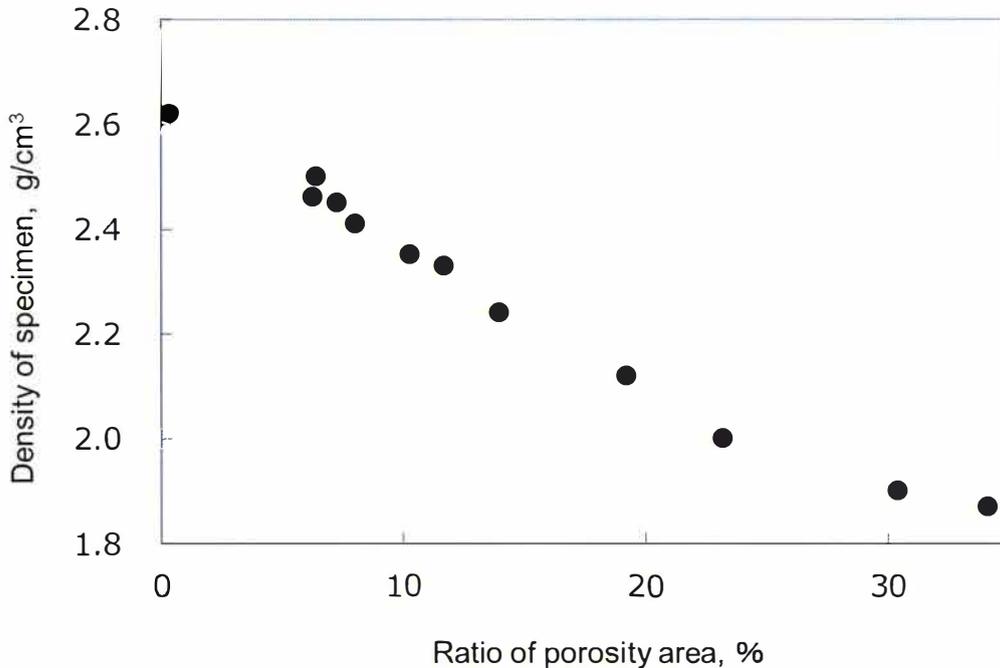


Fig.5.3 Relationship between ratio of porosity area and density specimen.

Fig.5.4 に本実験で得られた代表的な試料断面と密度，介在物量及び水素量を示す。水素ガス量，介在物量ともに少ない試料No. 1は，上部全体が内部に向けて面ひけしている。試料内部は，微細なひけに近い形状のポロシティが分散発生している。試料No.2及び3は，水素量が0.26～0.29mL/100g-Alであり，水素量に大きな差がみられないが，試料No.3の介在物量が $K=0.36$ と高い。この時の密度は，No.3がやや低い。また，試料No.4は，試料No.3と水素量は同じだが，介在物量がわずかに増加している。更に，内部に発生したポロシティは，試料No.1と比較すると，ひけに近い形状であるが，粗大化し，発生量も増加している。

No	1	2	3	4	5	6	7	8
Cross-sectional macrostructures								
Density of specimen(g/cm ³)	2.62	2.50	2.45	2.41	2.35	2.24	2.0	1.87
Hydrogen gas content (mL/100g-Al)	0.08	0.26	0.29	0.29	0.22	0.22	0.30	0.41
K-value	0	0	0.36	0.45	2.72	5.09	2.27	2.95

20mm

Fig.5.4 Cross-sectional macrostructures of specimen at reduce pressure test and density of specimen and hydrogen gas content, K-value.

一方、試料No.5 及び 6 は、溶湯中の水素量が 0.22mL/100g-Al で介在物量は試料 No.5 が K=2.72、試料No.6 が K=5.09 と他の試料と比較して高い。また、断面を観察すると、介在物量が増加した試料の内部に発生したポロシティは、内部に分散し、発生量も多く、球状に近い形状となっている。更に、水素量が増加した試料 No.7,8 は、試料上部を大きく膨らませ、内部のポロシティが粗大化している。

Fig.5.5 は、試料No.5 及び 6 の試料断面に発生したポロシティ径と累積面積率を示す。水素量は、0.22mL/100g-Al であり、介在物数が増加するとポロシティ発生量が増加し、ポロシティ径もやや粗大になっていることが分かる。このことから、介在物量が増加するとポロシティ量が増加し、水素が増加するとポロシティは粗大化すると考えられる。

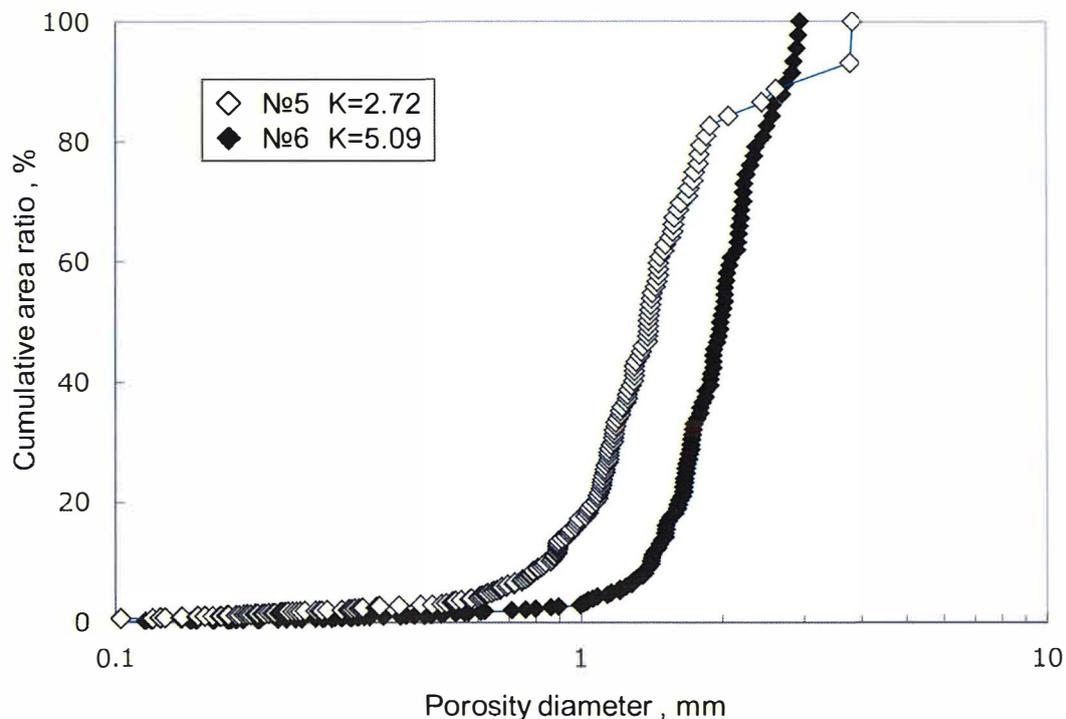


Fig.5.5 Relationship between porosity diameter and cumulative area ratio at specimen №5 and 6 of Fig.5.4.

本合金は、Al-Si 二元系平衡状態図⁷⁾からも亜共晶に近い組成である。この場合、凝固は、固液共存相の広い粥状の凝固形態である。凝固の開始とともに液相より初晶 Al による微細な等軸晶が成長する。溶湯中のガスは固相より排出され、成長する dendrite 間に捕集された状態で凝固が完了する。このことから、ポロシティは分散すると考えられる。また、溶湯中のガス量が少ない場合、ポロシティは合金の凝固収縮によりひけ巣となり、ガス量の増加とともにポロシティは粗大化すると考えられる。しかし、介在物量が増加するとポロシティ量が増加し、試料全体に球状のポロシティを分散発生させた。これは、介在物と溶湯の濡れ性が影響していると考えられる。

Fig.5.6 に、試料断面に発生した介在物における SEM 観察画像と EDX 面分析の結果を示す。介在物は、マグネシウム、酸素を主成分とする薄膜状の酸化物であり、SEM 観察画像から酸化物と基地組織の界面の濡れ性が低く、この界面が、

凝固時，ポロシティ生成核になると考えられる．凝固の開始とともに，固相より排出されたガスは，この界面に集まることでポロシティへと成長する．また，介在物は，試料内部に分散することで，凝固時，ポロシティは試料内部に分散発生し，介在物量の増加とともにポロシティ数も増加すると考えられる．

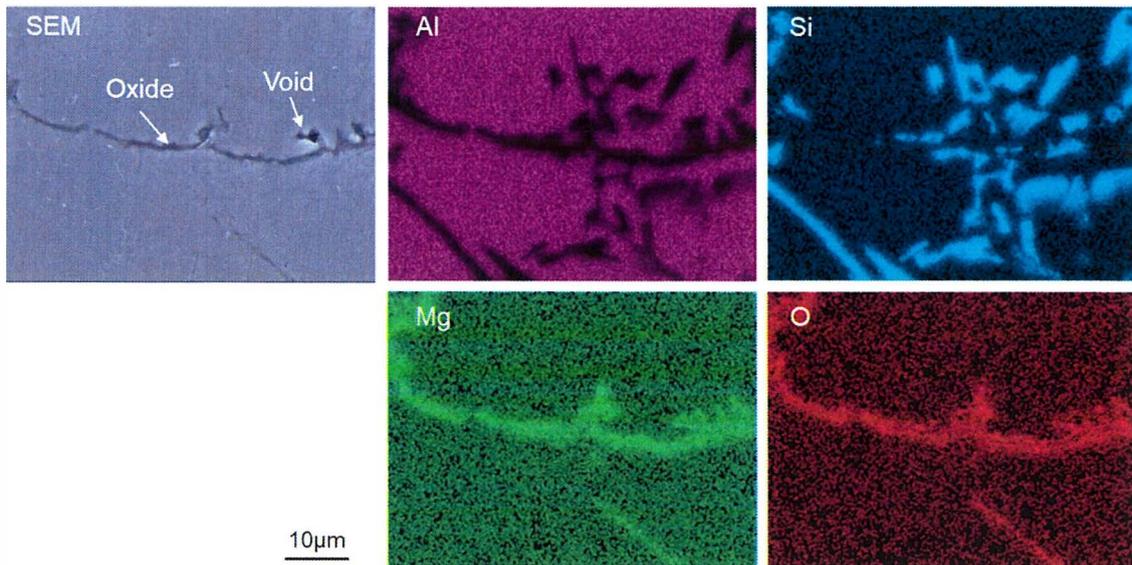


Fig.5.6 SEM photographs of porosity generated inside test specimen and area analysis by EDS.

Fig.5.7 に，これらの結果を基にした AC4CH 合金による減圧凝固試験のポロシティ発生形態のモデル図を示す．溶湯中の水素量，介在物量が少ない溶湯は，マッシィ型の凝固形態の影響を受け，試料内部にひけ状の微細なポロシティが生じやすく，試料上部全体も引ける傾向にある（Type A）．水素量が増加すると合金の凝固形態の影響を受け試料内部分散したひけ状のポロシティはガス欠陥に近い形状へと変化する（Type B）．溶湯中の水素量が低く，介在物量が増加した溶湯による試験結果は，介在物の影響を受け，試料内部にやや粗大なポロシティが分散発生する（Type C）．この溶湯中の介在物量，水素量がさらに増加すると試料内部に分散したポロシティは粗大化し，試料上部が大きく膨らむ（Type D）．

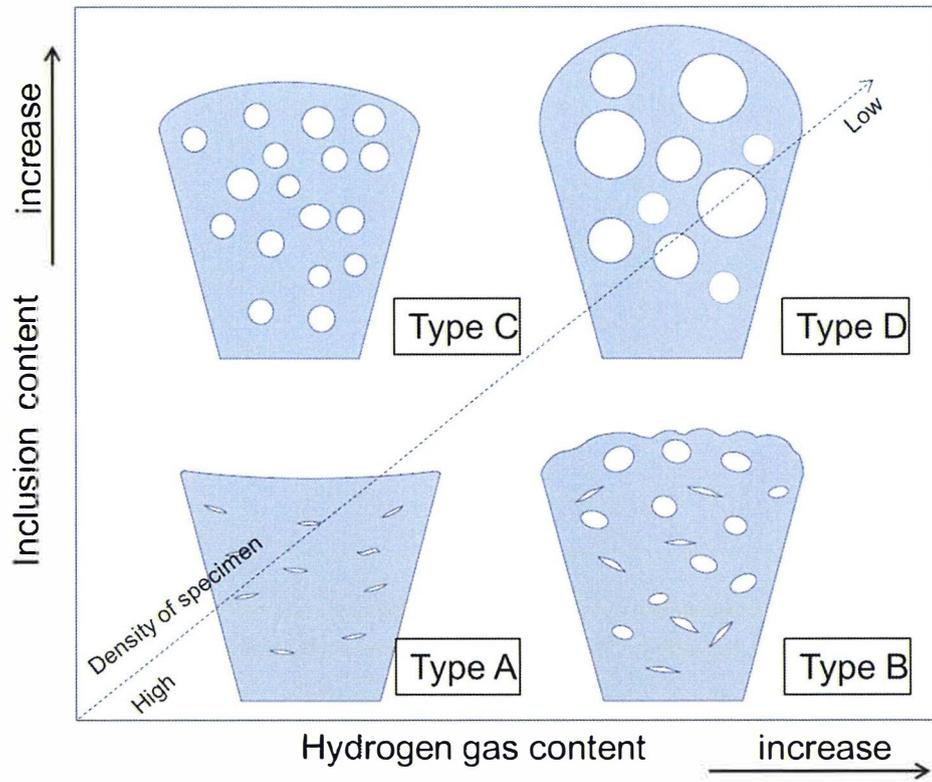


Fig.5.7 Schematic illustration diagram of porosity generation form.

5.3.2 試験圧力の影響

Fig.5.7 に、水素量の異なる溶湯を用いて、試験圧力を変更した試料断面を示す。

試験圧力が大気圧に近づくとともに、試料断面のポロシティ径は小さくなる傾向となり、101.3kPa の圧力下における試験結果には、水素量の違いによるポロシティ発生形態に差が見られない。また、2.6kPa による試験結果においては、試料内部に粗大なポロシティを発生させ、試料上部は、ポロシティが破裂した形跡が確認できる。

Test pressure(kPa)	2.6	5.3	13.3	26.6	101.3
Cross-sectional macrostructures					
Hydrogen gas content(mL/100g-Al)	0.27	0.27	0.26	0.29	0.29
Cross-sectional macrostructures					
Hydrogen gas content(mL/100g-Al)	0.40	0.41	0.39	0.41	0.44

Fig.5.7 Cross-sectional macrostructures of specimen with different hydrogen gas content.

また、試験圧力 13.3~101.3kPa の試料を観察すると、試験圧力の低下とともにポロシティは増加の傾向を示すが、それぞれの試験圧力において水素量とポロシティ発生形態に大きな違いが見られない。

Fig.5.8 には、水素量 0.27ml/100g-Al の溶湯による試料断面に発生したポロシティ分布を示す。これによると、試験圧力が低下するとポロシティサイズが大きくなる傾向がある。

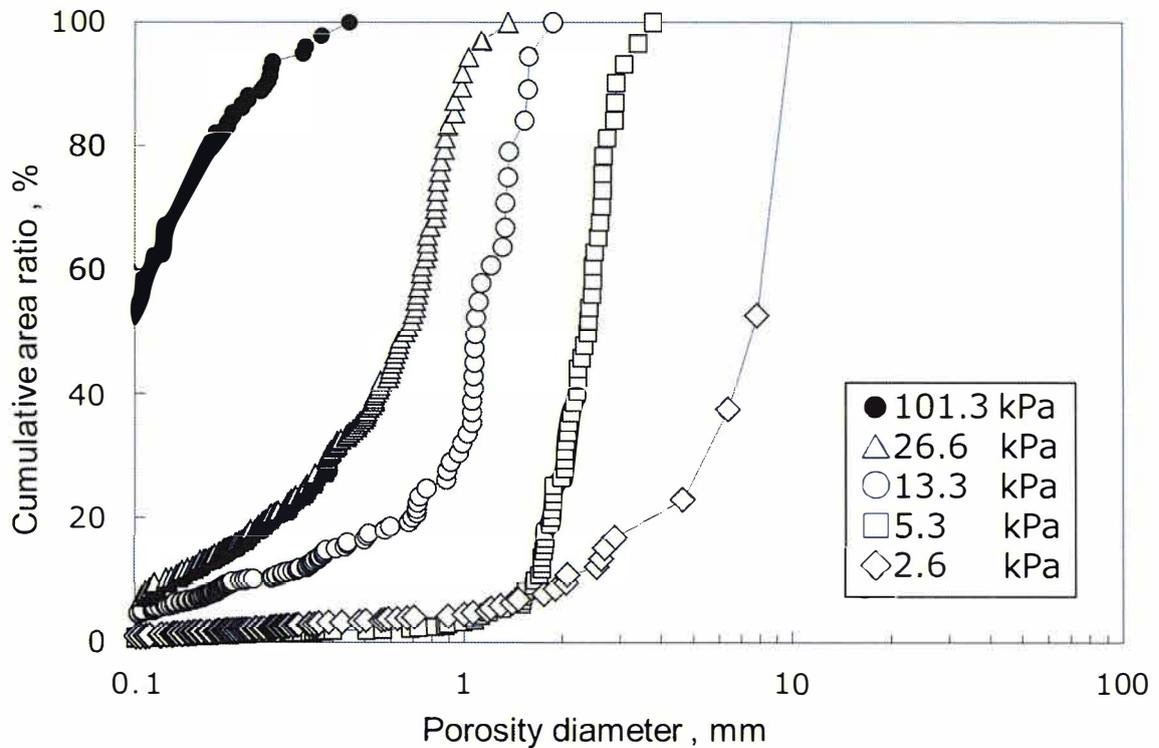


Fig.5.8 Porosity distribution with test pressure of 2.6kPa ~ 101.3kPa

これらの試験結果には、減圧凝固試験を行う真空チャンバの雰囲気の影響されると考えられる。Al 合金溶湯への水素溶解度は、Sievelts の法則により雰囲気中の水素分圧の平方根に比例する^{8,9)}。減圧凝固試験の場合、真空チャンバ内を低圧にすることで、真空チャンバ内の水素濃度が減少し、溶湯中の水素放出量が増加する。試験が開始されると凝固の進行により、試料片上部が凝固することで、放出しきれない水素ガスがポロシティとなって発生し、チャンバ内が低圧であるほどこのポロシティサイズは粗大化することが考えられる。

Fig. 5.9 は、密度と試験圧力の関係を示す。101.3kPa~5.3kPa の試験圧力においては、密度と良い相関が得られているが、2.6kPa の試験圧力下においては、水素量 0.27ml/100g-Al の溶湯による試験結果で密度が 5.3kPa の試験に比べ高くなっている。これは、試験圧力の低下にともない、ポロシティの粗大化と内圧が高ま

ることによって試料上部よりガスが噴出したことが考えられる。しかし、水素量 0.40 ml/100g-Al の溶湯による試験結果は、内部に粗大なポロシティを発生させガスの噴出は確認できない。これは、溶湯中の介在物量が多くポロシティ生成核となったことが考えられる。この介在物がポロシティ生成核となり、固相より排出された水素を捕捉したことで試験片下部にポロシティを生成し、試験圧力の影響を受け、粗大化したと考えられる。このことから、試験圧力 2.6kPa による試験は、ガスの噴出による密度のばらつきや試験圧力の低下によるポロシティの粗大化に影響を与え、評価が困難になることが考えられる。

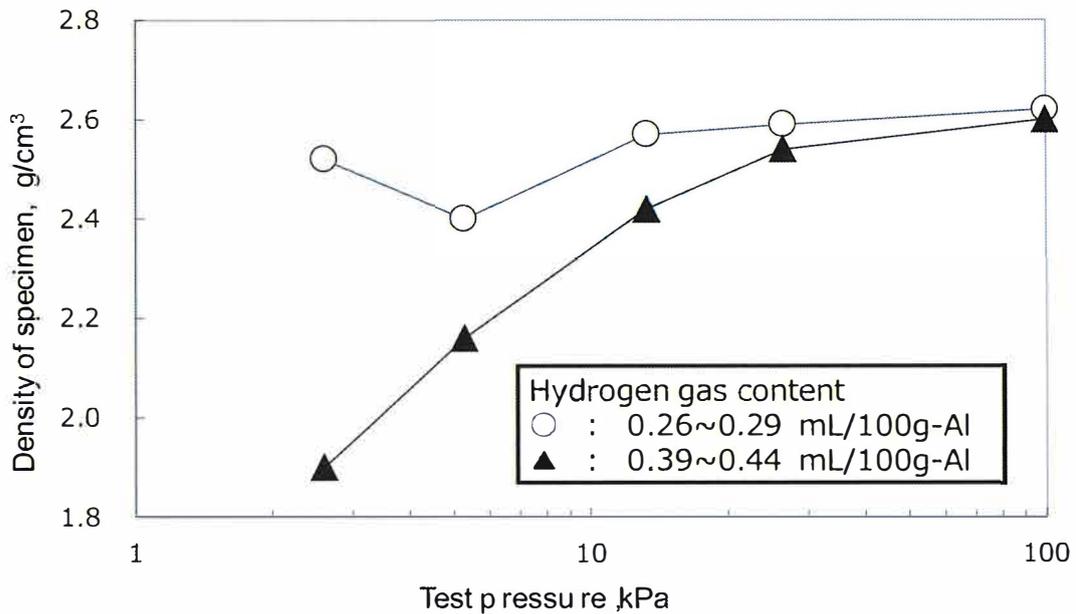


Fig.5.9 Relationship between test pressure and density of specimen.

5.4 結言

AC4CH合金の減圧凝固法による評価精度向上を目的にポロシティ発生形態に及ぼすガス、介在物と溶湯温度、試料採取条件などの試験条件の影響について調べた結果、次のことが明らかになった。

- 1) 水素量、介在物量ともに少ない溶湯による減圧凝固試験結果は、内部にポロシティが発生しにくく、試料上部が面ひけする。
- 2) 溶湯中のガス量の増加は、ポロシティを粗大化させる。
- 3) 溶湯中の介在物は、溶湯より放出するガスを捕捉し、球状を呈するポロシティを分散発生させる。
- 4) 101.3kPa～5.3kPa の試験圧力においては、試験圧力と試料の密度に良い相関が得られる。

参考文献

- 1) 萩野谷生郎, 本間梅夫 : 鋳物 66 (1994) 451
- 2) 今林守, 富田耕平, 岩村霽郎 : 軽金属 16 (1966) 175
- 3) 大西忠一 : 軽金属 39 (1989) 238
- 4) 大谷文太郎 : 軽金属 9 (1959) 68
- 5) 犬丸晋 : 軽金属 30 (1980) 179
- 6) 岩清水康二, 池浩之, 高川貫仁, 佐藤健二, 山田健太郎 : 日本鋳造工学会 156
回全国講演大会講演概要集 (2010) 61
- 7) 北岡山治 : 鋳造工学 75 (2003) 804
- 8) 例えば 日本鋳物協会編 : 鋳物便覧, 丸善 (1973) 1414
- 9) 今林守 : 軽金属 22 (1972) 121
- 10) 大塚良達 : 軽金属 44 (1994) 463

第6章 JIS AD12 と AD12.1 合金溶湯の減圧凝固試験でのポロシティ発生に及ぼす水素，介在物の影響

6.1 緒言

アルミニウム合金溶湯に溶解した水素は凝固時にポロシティを生成し，ダイカストの耐圧不良や強度低下などの原因となる^{1,2)}。溶湯のガス量評価法としては，ランズレー法³⁾，テレガス法⁴⁾，イニシアルバブル法⁵⁾などがある。また，同様にアルミニウム合金溶湯のガス量を評価する方法として減圧凝固法⁶⁾がある。この試験は，溶湯を専用小るつぼに採取し，減圧下で凝固させ，溶湯中のガスをポロシティとして発生させ，凝固した試験片の外観及び切断面を目視観察し，ガス量を評価する方法である。簡便で迅速なことから鑄造現場では，炉前試験法として広く使用されている。

著者らは，減圧凝固試験法を用いて，企業現場の溶湯品質評価及び溶湯処理に関する調査を試みた^{7,8)}。その結果，るつぼ炉における脱ガス処理後の試料内部のポロシティ量が減少傾向にあるが，タワー式溶解・保持炉より採取した減圧凝固試験料のポロシティ発生形態にばらつきが生じ，評価が困難であった。この原因は，溶湯中のガス量及び介在物量の違いにあると考えられる。本溶解方式は，主にダイカストに用いられており，本調査においても同様である。数社を対象に行った調査では，ダイカストマシンサイズや製品のサイズの違いから溶湯の供給時間に相違が見られた。すなわち，溶湯保持時間の長短が大気との接触時間に影響を及ぼし，大気と反応することで溶湯中の水素ガス量及び介在物量が増加することで試験結果がばらついたと考えられた。

これまで，溶湯中における水素の挙動，ポロシティとなる機構，脱ガス方法⁹⁾やダイカスト時のポロシティ発生機構¹⁰⁾などの報告や減圧凝固試験法におけるポロシティ発生形態に及ぼす水素量の影響が報告されている¹¹⁾。しかし，ガス量や介在物量の違いによるポロシティ発生形態の報告は少ない。

そこで，本研究では，ダイカスト製品の高品質化のために，AD12合金中のガ

ス量や介在物量と減圧凝固法におけるポロシティ発生形態との関連性や溶湯中に発生する介在物について調べることを目的とした。

6.2 実験方法

ダイカスト用アルミニウム合金は、Table 6.1に示す JI SAD12 合金を実験に用いた。この合金を#10 黒鉛るつぼに 2.5 kg 充填し、抵抗式電気炉で溶解した。この時、減圧凝固試料中のポロシティ発生形態に及ぼす介在物とガスの影響を検討するため、溶湯の介在物量やガス量を以下の方法で変化させた。

Table 6.1 Chemical composition of AD12 alloy applied for the experiments.

(mass%)						
Si	Cu	Fe	Mg	Zn	Mn	Al
10.85	2.47	0.69	<0.01	<0.01	<0.01	r em.

介在物は、AD12 合金を乾式旋削し得られた切粉を、773K の恒温炉にて 120min 大気中で加熱後、目開き 1mm メッシュ以下のふるい分けした切粉を溶湯中へ添加した。この切粉は、溶湯質量に対し 0.5~1.0% 添加し溶湯中の介在物量を変化させた。介在物量の変化を、K モールド法により測定した¹²⁾。

減圧凝固試験は、Fig. 6.1 の溶解線図に従い溶湯を採取した。まず、溶解後 953K で 1 回目の溶湯採取を行い、その後、ガス吸収を目的に 1123K まで昇温した。その後、953K まで降温し、2 回目の溶湯を採取した後、10min の保持し、3 回目の溶湯採取を行い、更に、10min 及び 20min の保持後 4 回目と 5 回目の溶湯採取を行った。採取した溶湯は、減圧凝固試験用小るつぼ及び K モールド試験鑄型に流し込んだ。また、ランズレー銅金型に溶湯を採取し、真空溶融抽出パラジウム管透過法（ランズレー法）により水素の定量分析を行った。

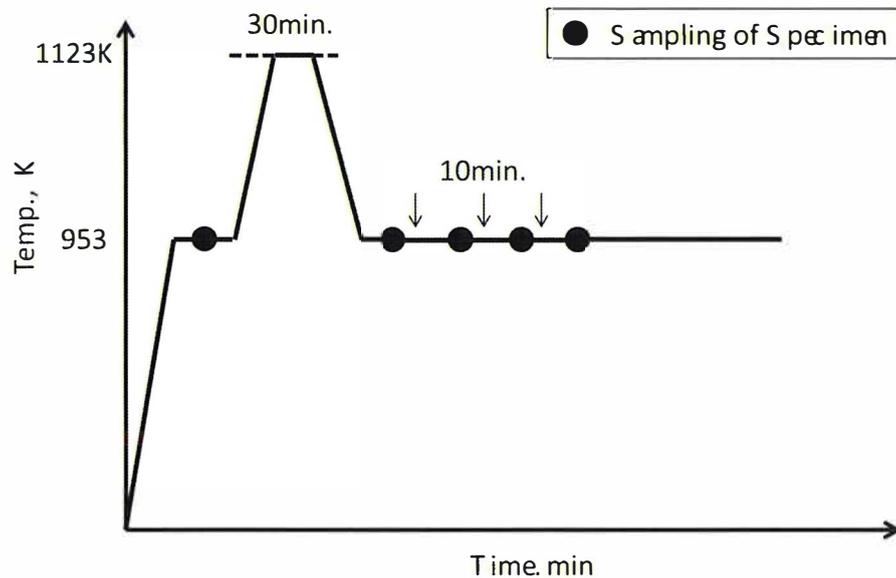


Fig.6.1 Melting process and specimen sampling point.

減圧凝固試験は、専用の小るつぼで採取した溶湯 80g を 5.3kPa の減圧下で凝固させた。得られた減圧凝固試料は、水中秤量法で密度を測定した。また、減圧凝固試料中央を垂直方向に切断し、その断面を #600 の SiC 耐水研磨紙で研磨した後、ポロシティ発生形態確認するためマクロ組織を観察し、ポロシティ内部組織を確認するため SEM による観察を行った。更に、溶湯清浄度の違いによるポロシティ発生形態について解析を行うため切断面のポロシティ面積率、ポロシティ粒径、ポロシティ数について画像解析を行った。更に、発生したポロシティと介在物の関係を調べるため走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察と面分析を行い、これらの結果を用いて AD12 合金の減圧凝固試験におけるポロシティ発生形態を検討した。

また、このポロシティ発生形態を検証するため、市販の AD12 合金による減圧凝固試験を行った。Table 6.2 に国内で JI S AD12.1 として広く用いられている合金の化学組成を示す。Table 6.1 に比べて不純物が多く含まれている。Table 6.2 に示す AD12.1 合金を Fig.6.2 に示す溶解線図に従い溶解と試料を採取した。3.2kg

の合金を#10 黒鉛るつぼへ充填し、953K で溶解した。そして、溶解直後に試料を採取、5分経過毎ごとに3試料を採取した。その後、溶湯のガス吸収を目的とし、溶湯温度を1123Kまで上昇させ5min保持後に再び953Kまで降温させた。溶湯温度が953Kで試料を採取、30min経過ごとに3試料を採取した。但し、冷却曲線は採取していない。

Table 6.2 Chemical composition of alloy for this experiment.

(mass%)						
Si	Cu	Fe	Mg	Zn	Mn	Al
11.32	1.94	0.86	0.16	0.85	0.16	r em

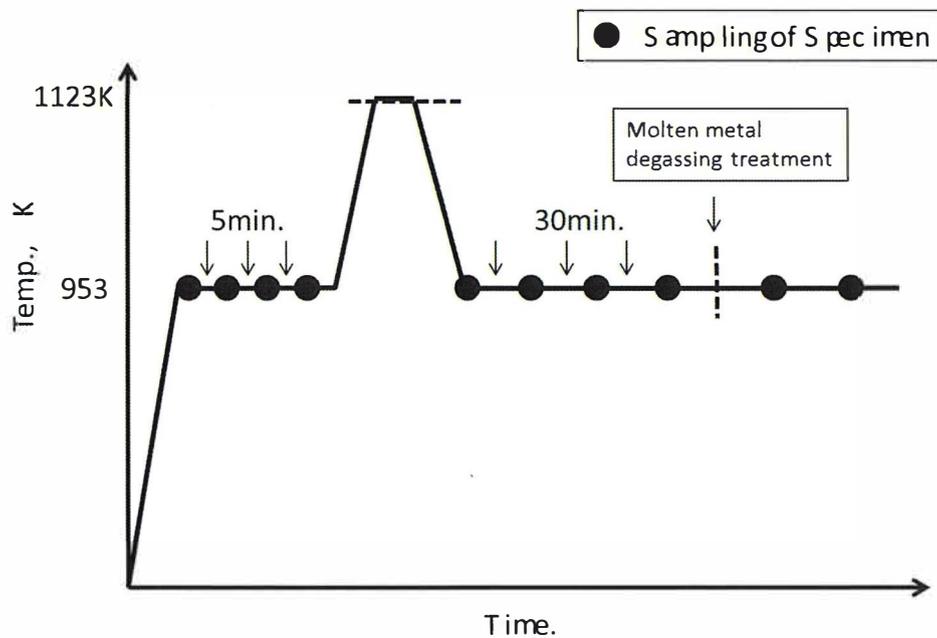


Fig.6.2 Dissolution process and specimen sampling point.

また、ダイカスト作業中に発生する介在物とガスの関係を調べるために、ダイカスト用保持炉の湯面に浮上した酸化物を含む溶湯と底湯を採取し、それぞれを3.2kg 抵抗式電気炉で再溶解し、減圧凝固試験と K モールド鋳型及びランズレー

銅鑄型に溶湯を採取した。減圧凝固試料は、密度測定後に試料中央部を垂直方向に切断し、研磨後にマクロ組織の観察と発生したポロシティと介在物の関係を調べるため SEM 観察と EDS 面分析を行った。また、K モールドによる介在物測定と真空溶融抽出パラジウム管透過法（ランズレー法）により水素の定量分析を行い、ガスと介在物の挙動を調べた。

6.3 実験結果と考察

6.3.1 AD12 合金のポロシティ発生形態に及ぼす介在物，水素量の影響

Fig.6.3 に、減圧凝固試料の密度と断面のポロシティ面積率との関係を示す。減圧凝固試料との密度を比較するため、ランズレー銅金型から採取した分析用試料のポロシティ面積率 0% の試料について密度を測定したところ 2.72g/cm^3 であった。ポロシティ面積率が増加すると密度が低下する傾向が見られた。

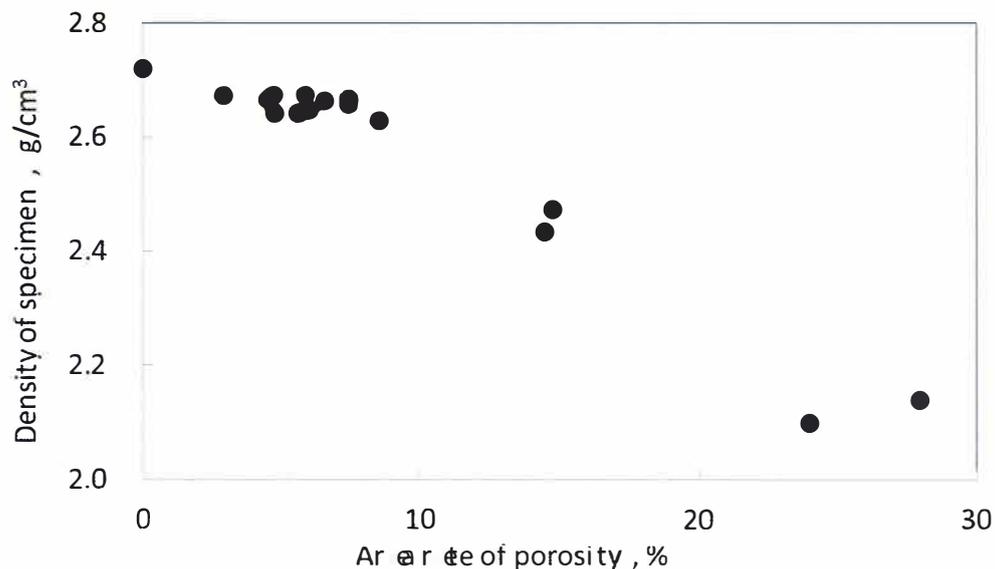


Fig.6.3 Relationship between area rate of porosity and density of specimen in reduce pressure test.

Fig.6.4 に、溶湯の水素量と試料の密度との関係を示す。水素量と密度には、

相関性が見られるが、水素量 0.32mL/100g-Al では、密度の低下が見られる。

Fig.6.5 に、減圧凝固試験のポロシティ発生形態に及ぼす溶湯中のガスの影響を検討するため、溶湯中の水素量が 0.09~0.42mL/100g-Al の試料断面写真を示す。この時の介在物量は、 $K_{10}=0\sim0.2$ である。これより水素量が増加するとポロシティ量が増加した。試料No.1は、試料上部がひけ、中央のポロシティはひけ状となっているが、試料No.2 の内部中央のポロシティは徐々に丸みを帯び、試料No.3 では内部中央のポロシティは、ガスによるポロシティに近い形状となり試料中央上部を大きく膨らませている。また、試料内部中央のポロシティも粗大化している。

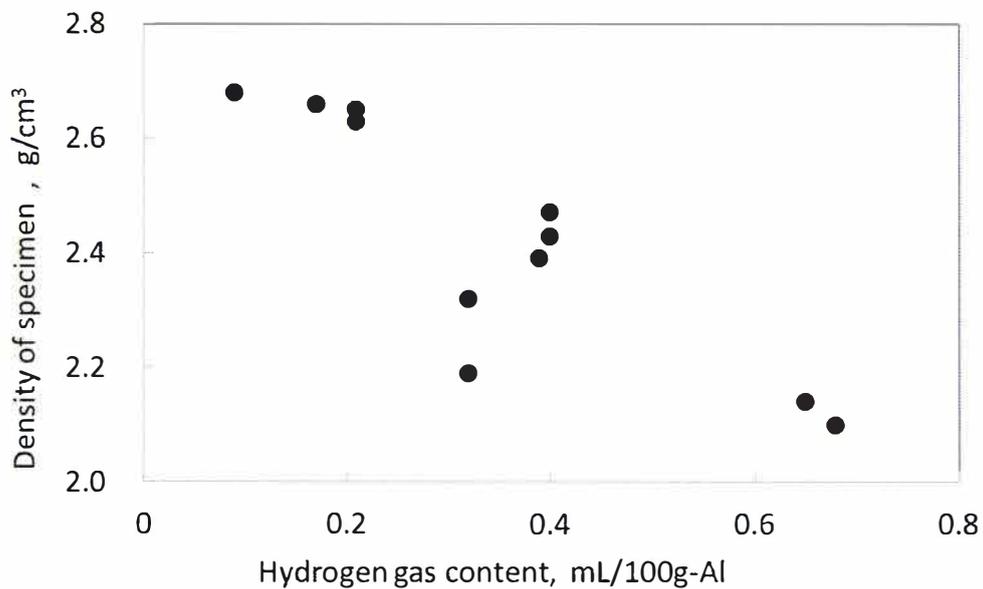
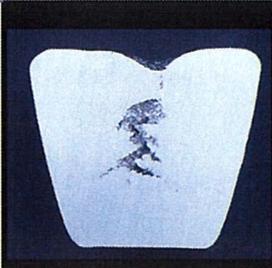


Fig.6.4 Relationship between hydrogen gas content and density of specimen in reduce pressure test.

No.	1	2	3
Cross-sectional of vacuum gas test specimen			
Hydrogen gas content(mL/100g-Al)	0.09	0.18	0.40

10mm

Fig.6.5 Cross-sectional macrostructures and hydrogen gas content of specimen at molten alloy of inclusion content $K_{10}=0\sim 0.2$.

Fig. 6.6 は、ポロシティ発生形態に及ぼす介在物の影響を検討するため、溶湯中の水素量が $0.17\sim 0.21\text{mL}/100\text{g-Al}$ の試料断面及び K 値を示す。介在物量が増加すると内部中央に発生するポロシティは、分散する傾向にある。また、試料No. 6 は、上部がわずかに膨らんでいる。

No.	4	5	6
Cross-sectional of vacuum gas test specimen			
K-Value(K_{10})	0.6	5.6	9.6

10mm

Fig.6.6 Cross-sectional macrostructures and density of specimen and K-value of specimen at molten alloy of hydrogen gas content $0.17\sim 0.21\text{mL}/100\text{g-Al}$.

Fig.6.7は、Fig.6.6のポロシティの分布を調べるために、試料No.4~6のそれぞれの試料内部に発生したポロシティ分布をポロシティ径に対する累積面積率で示す。試料No.4は、内部中央に発生したポロシティは、円相当径で直径が11.9mmで累積面積率の約60%を占め、内部に分散発生しているポロシティは非常に小さい。一方、試料No.5は、内部中央に発生したポロシティの面積占有率は、約30%と試料No.4の半分となっている。更に、試料No.6は、試料No.4、5と比較し微細なポロシティの発生量が増加している。このことから、水素量が0.17~0.21mL/100g-Alの溶湯における減圧凝固試験では、介在物量が増加するとポロシティ径は、小さくなりポロシティ発生量は増加することが分かった。

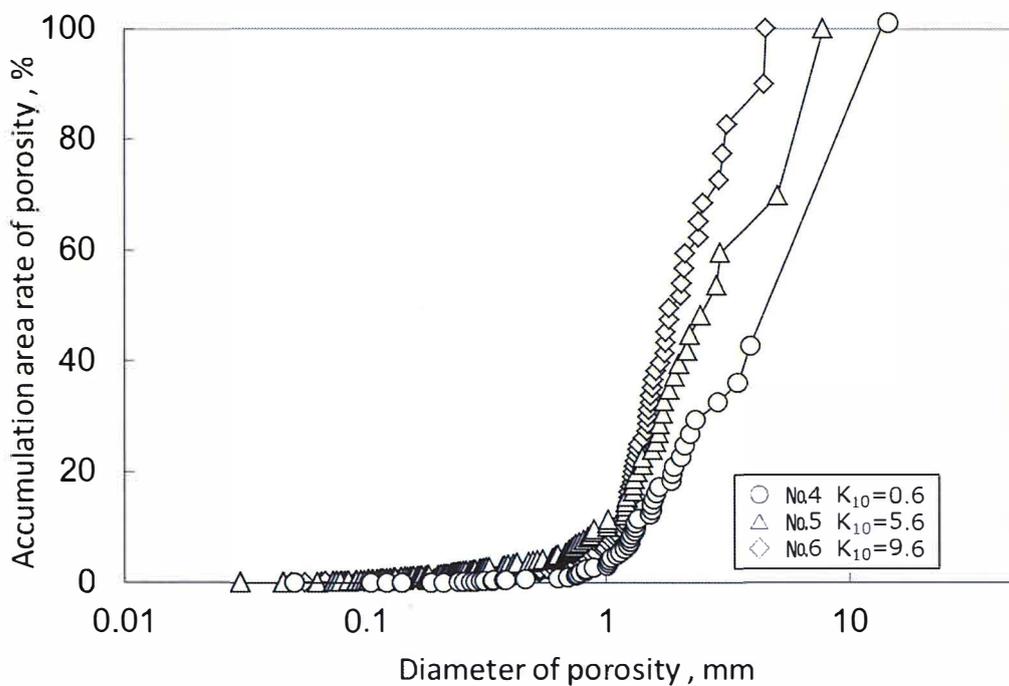
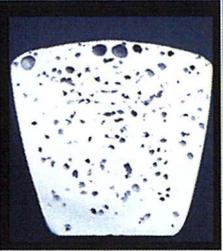


Fig.6.7 Porosity distribution with different inclusion content in Fig.6.6.

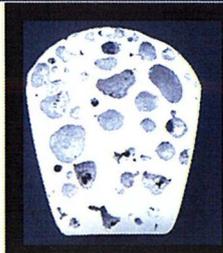
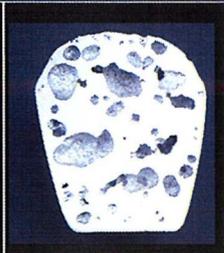
Fig.6.8 は, Fig.6.4 で溶湯中の水素量が同じ 0.32mL/100g-Al であるが, ポロシ
 ティ発生形態が異なる場合について試料断面写真と密度, 介在物量, 断面のポロ
 シティ面積率を示す. 介在物量 $K_{10}=0.2$ の試料No.7 は, 上部が大きく膨れ, 内部
 に発生したポロシティも粗大である. しかし, 介在物量 $K_{10}=0.8$ の試料No.8 は,
 上部が膨らんでおらず, 内部には, 微細なポロシティが分散発生している. この
 ことから, 溶湯中の水素量が同量でも介在物量が増加するとポロシティは分散
 発生する傾向があることが分かった.

No	7	8
Cross-sectional of reduce pressure test specimen		
Density of specimen (g/cm ³)	2.19	2.32
K-value(K_{10})	0.2	0.8
Area rete of porosity (%)	16.8	12.8

20mm

Fig.6.8 Cross-sectional macrostructures and density of specimen and K-value of specimen at hydrogen gas content 0.32mL/100g-Al.

Fig.6.9 は、溶湯中の水素量、介在物量ともに増加した溶湯におけるポロシティ発生形態を確認した試料の断面、水素量及び介在物量を示す。試料No.9,10 は水素量が 0.65~0.68mL/100g-Al と多く、介在物量も $K_{10}=18, 20$ と多い。内部のポロシティは粗大化したものが多く、分散発生している。

No	9	10
Cross-sectional of reduce pressure test specimen		
Hydrogen gas content (mL/100g-Al)	0.65	0.68
K-value(K_{10})	18	20

20mm

Fig.6.9 Cross-sectional macrostructures and hydrogen gas content of specimen and K-value of specimen at increase gas and inclusion.

本実験で用いた合金は、溶湯中の水素量、介在物量が低いと中央内部にひけに近い形状のポロシティを発生させている。これは、凝固形態の影響と考えられる。本実験で使用した AD12 合金の凝固形態は、固液共存相の狭い表皮形成型凝固であり¹³⁾、凝固が開始されると溶湯中のガスは、固相界面前方へと押し出され、内部中央に集中する。この時、溶湯中のガス量が少ないことで最終凝固部である内部中央がひけたと考えられる。また、この時、試料上部も内部の収縮により外ひけが発生したと考えられる。この溶湯中の水素量が増加すると中央内部のポロシティはガスにより形状を変化させ、試料上部を膨らませる。アルミニウム合金は、固相中の水素溶解量が少ないことが広く知られている¹⁴⁾が、凝固の開始とともに水素は固相から液相へと排出され、その後、雰囲気中へ水素ガスとして放出される。著者の一部¹¹⁾の報告にもあるように共晶系合金である AD12 合金

は、凝固時、水素を液相側へと排出するが、潜熱の影響を受け、内部中央付近は、凝固が遅くなり、等軸晶が晶出すると考えられる。溶湯中の水素量が多いと排出された水素ガスは、等軸晶間に捕集され、凝固の進行方向に向かい次第にパイプ状へと成長すると考えられる。また、溶湯から排出された水素ガスは、最終凝固部である内部中央に集まり、粗大なポロシティに成長し、減圧下においては、内圧が高まることで試料上部を大きく膨らませると考えられる。一方で、溶湯中の介在物量が増加すると、ポロシティは試料内部に分散発生する傾向にある。溶湯中の介在物は、凝固時に溶湯より排出される水素ガスのポロシティ生成核となりやすいとの報告も多い^{15,16)}。これには、酸化物の濡れ性悪いことが影響していると考えられる。

減圧凝固試験においても介在物が溶湯内に分散していると凝固時にポロシティ生成核となり、ポロシティを分散発生させると考えられる。この時、溶湯中の水素量が増加すると、凝固開始とともに溶湯より放出された水素ガスが分散したポロシティに集まることで、ポロシティは粗大化し試料上部全体が大きく膨らむことで、Fig.6.8 試料No.9, 10 に示すポロシティ発生形態となると考えられる。

Fig.6.10 に、これらの結果を基にした AD12 合金による減圧凝固試験のポロシティ発生形態のモデル図を示す。溶湯中の水素量、介在物量が少ない溶湯は、試料内部中央にひけが生じやすく、試料上部も引ける傾向にある (Type A)。水素量が増加すると合金の凝固形態の影響を受け試料中央内部にガス化した水素による粗大なポロシティが発生する (Type B)。溶湯中の水素量が低く、介在物量が増加した溶湯による試験結果は、試料内部に比較的細かなポロシティが分散発生する (Type C)。試料内部中央にやや粗大なポロシティが発生し、試料内部にポロシティが分散発生する (Type D) は、水素量及び介在物量が増加している溶湯である。この溶湯中の介在物量、水素量がさらに増加すると試料内部に分散

したポロシティは粗大化し，試料上部が大きく膨らむ（Type E）。

以上のことから，本合金の場合，溶湯中の水素は，凝固時に，凝固形態の影響を受け，最終凝固部に放出されるが，介在物が多いと介在物がポロシティ生成核となり，最終凝固部への放出を妨げ，試料内部に分散発生したポロシティが粗大化させると考えられる。

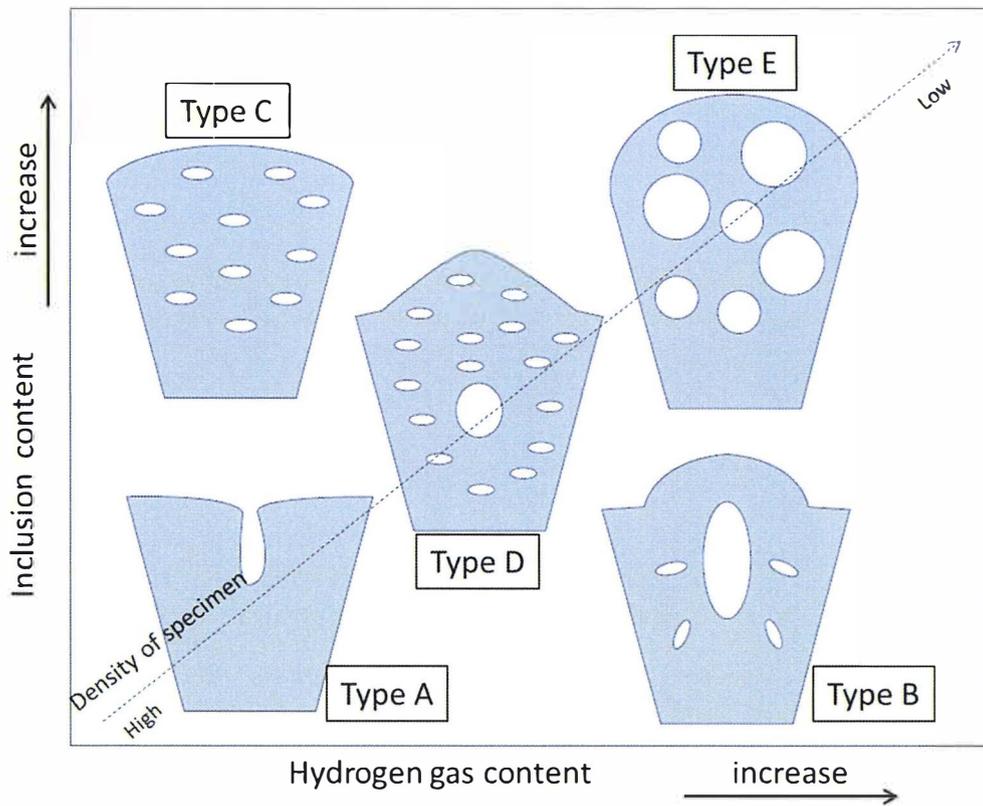


Fig.6.10 Schematic illustration diagram of porosity generation form.

6.3.2 市販 AD12.1 合金におけるポロシティ発生形態に及ぼす介在物, 水素量の影響

Fig.6.11 に得られた試料の試料断面とそれぞれの密度, 水素ガス量, K 値を示す. No.12~15 及び 20,21 は, 密度が 2.66g/cm^3 であり, 試料断面を観察すると中央内部に粗大なポロシティが発生しており, 試料上部と貫通しているポロシティもある. この時の水素量は $0.22\sim 0.32\text{mL}/100\text{g-Al}$ で, Fig.6.10 に示す Type A に形状が類似しており, 水素量, 介在物量の結果からも比較的清浄な溶湯であることが分かる. 一方で, No.16~19 は, 内部中央にやや粗大なポロシティが発生し, 内部に全体的に直径 1mm 以下のポロシティが分散発生している. この時の介在物量は, $K_{10}=1.73\sim 4.36$ で, 水素量は, $0.44\sim 0.54\text{mL}/100\text{g-Al}$ であり, 介在物量, 水素量ともに No.12~15 及び 20, 21 より高い数値を示している. この試料断面を観察すると Fig.6.10 に示す Type D に類似している.

No	12	13	14	15	16
Cross-sectional of reduce pressure test specimen					
Density of specimen (g/cm^3)	2.67	2.66	2.67	2.66	2.56
Hydrogen gas content($\text{mL}/100\text{g-Al}$)	0.32	0.30	0.24	0.22	0.49
K-value	0.11	0.27	0	0.5	1.73
No	17	18	19	20	21
Cross-sectional of reduce pressure test specimen					
Density of specimen (g/cm^3)	2.43	2.50	2.50	2.68	2.67
Hydrogen gas content($\text{mL}/100\text{g-Al}$)	0.54	0.44	0.51	0.22	0.23
K-value	4.36	2.54	2.63	0.81	0

10mm

Fig.6.11 Cross-sectional macrostructures and density of specimen, hydrogen gas content, K-value in AD12 alloy.

Fig.6.12 は、Fig.6.11 のNo.12～21 の水素量と介在物量の関係を示す。また、それぞれのマーカには、Fig.6.11 のNo.を示す。No.12～15 及び 20, 21 は、水素量と介在物量に相関が見られないが、No.16～19 は、水素量が増加すると介在物量も増加する。アルミニウム合金は溶解中、大気中に含まれる水蒸気との接触により、[6.1]式に示すように溶湯中に介在物を生成し、水素を吸収する。



このことから、溶湯内は、水素の増加だけではなく、介在物も増加することが分かる。

以上より、AD12 合金について減圧凝固試験による溶湯評価を実施した際、試料の形状や断面観察により溶湯中の水素量だけではなく、介在物がポロシティ発生に影響を及ぼしていると考えられる。

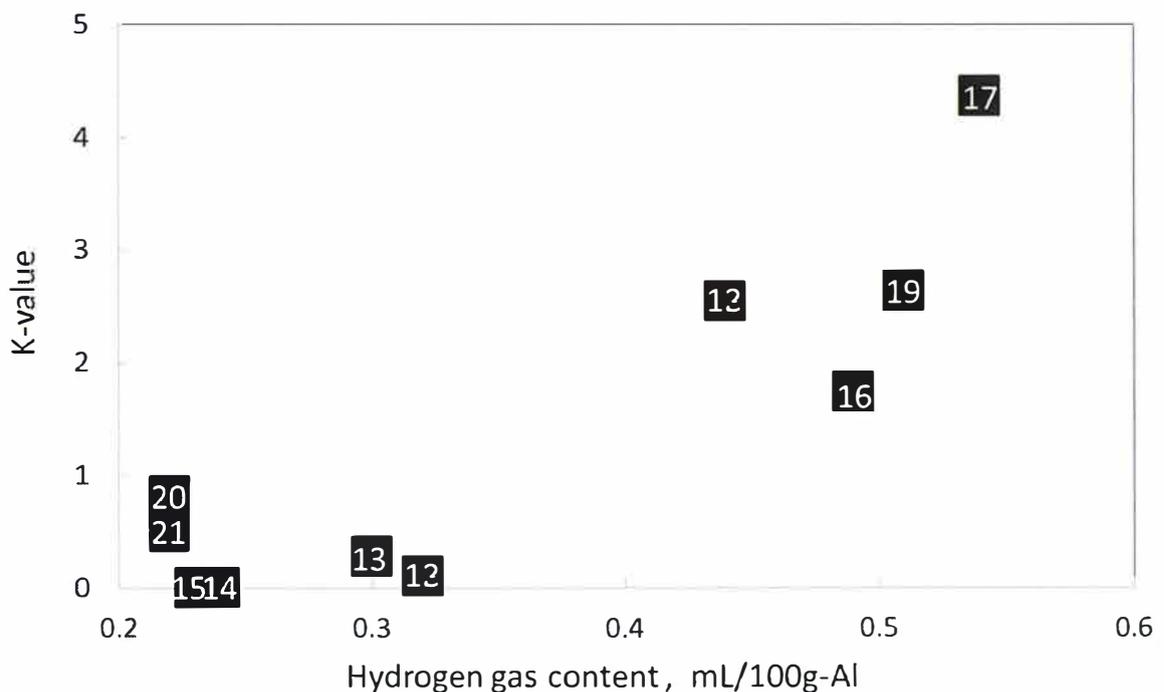
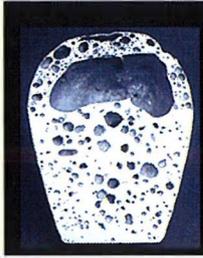


Fig.6.12 Relationship between hydrogen gas content and K-value in Fig.6.11 specimen No.

Fig.6.13 は、操業中のダイカスト溶湯に発生する介在物を調べることを目的に保持炉の表面部から採取した溶湯と底湯による減圧凝固試料断面及び密度, K 値, 水素量を示す.

Collection point	Surface	bottom
Cross-sectional of reduce pressure test specimen		
Density of specimen (g/cm ³)	1.60	2.19
Hydrogen gas content (mL/100g-Al)	0.96	0.48
K-value(K ₁₀)	100<	5.72

20mm

Fig.6.13 Cross-sectional macrostructures and density and hydrogen gas content and K-value of specimen at molten metal collected from the surface and bottom of the melting furnace.

この表面部の溶湯は、ダイカストの手元炉に移動する前の保持部より採取した。いずれも水素量が高く、K 値は、表面部の溶湯は、K=100 以上である。試料内部には、粗大なポロシティが発生している。また、試料内部にポロシティを分散発生させているが、粗大なポロシティの上部に複数のポロシティを発生させ、ポーラスな状態となっている。

Fig.6.14 は、ダイカスト合金中に発生する介在物を調べるため、Fig.13 に発生したポロシティ内部の SEM 写真と EDS 面分析結果を示す。ポロシティ下部に MgO が確認できる。従って、MgO はポロシティの発生起点になり得ると考えられる。また、Fig.6.15~17 は、この減圧凝固試料断面を SEM 観察し、得られた代表的な介在物の観察画像と面分析結果を示す。

Fig. 6.15 は、薄膜状の介在物が観察され、面分析の結果、マグネシウムと酸素が高濃度であることから、マグネシウムを主成分とする酸化物である。

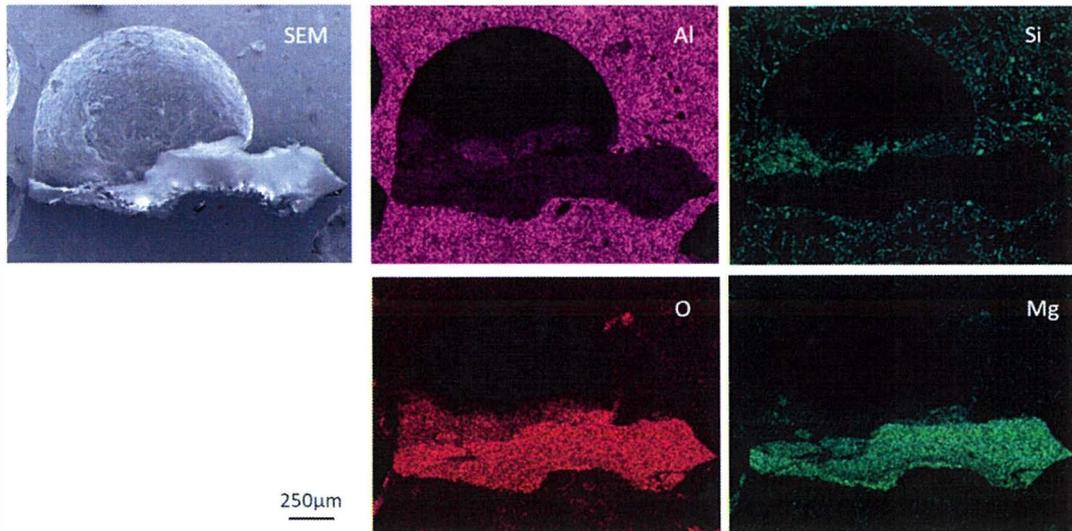


Fig.6.14 SEM photographs of porosity formed inside test specimen and area analysis by EDS.

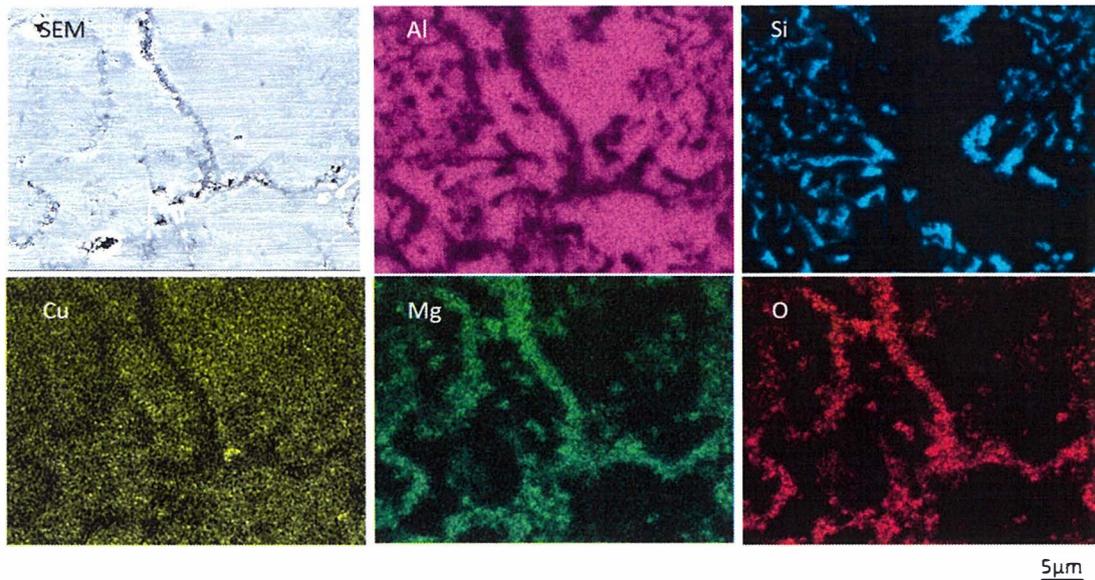


Fig.6.15 Area analysis by SEM photograph and EDS of thin film inclusions formed inside the specimen.

Fig.6.16 は、組織中に微細な粒状の介在物が観察でき、面分析の結果、アルミニウムと酸素を主成分とする酸化物である。いずれの酸化物も減圧凝固試料の粗大なポロシティが上部に多く発生している。これは、溶湯上部に浮遊している

酸化物がガスを捕捉し、試料上部へと浮上することによると考えられる。また、これらの周辺には、微細な空隙が観察できる。

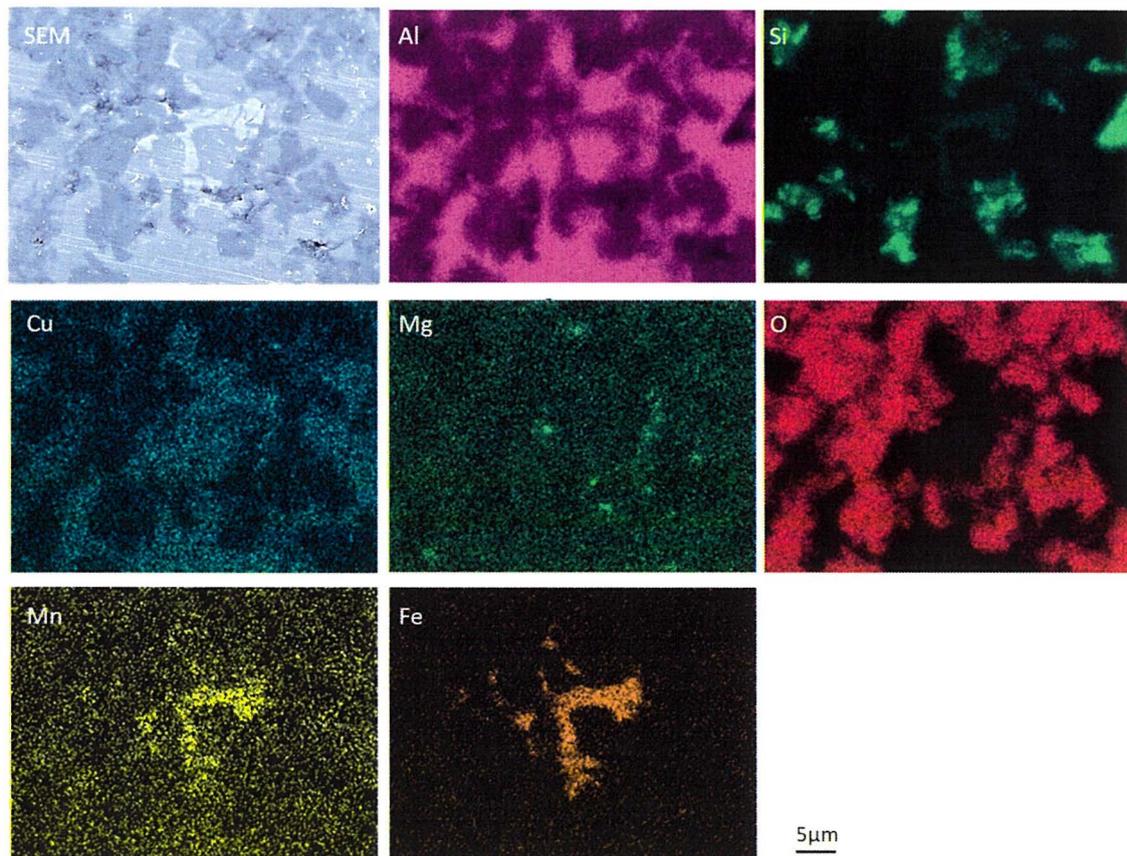


Fig.6.16 SEM photograph and EDS area analysis of granular inclusions formed inside the specimen.

Fig.6.17 では、鉄、酸素を主成分とし、ポロシティ内部に層状にナトリウム及びカリウムが濃化している。ナトリウム、カリウムは、合金成分には殆ど含まれないことから、脱滓処理に使用されたフラックスである可能性が高いと考えられる。また、この介在物と基地組織との界面には空隙が確認できることから両者の濡れ性が低いことが分かる。

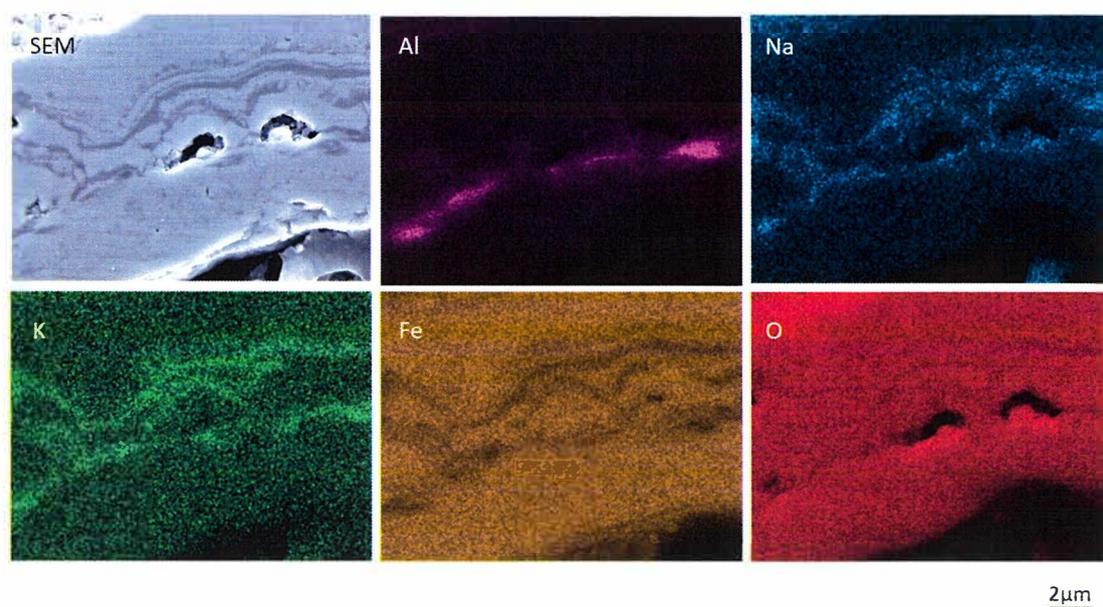


Fig.6.17 SEM photograph and EDS surface analysis of layered inclusions generated inside the specimen.

一方、底湯も水素量と介在物量が高く、試料上部を膨らませ、試料内部にポロシティを分散発生させているが、表面部から採取した溶湯と比較して内部中央に粗大なポロシティは発生していない。

Fig.6.18 は、この底湯から採取した溶湯による減圧凝固試料断面に確認できた介在物の SEM 写真及び面分析結果である。介在物は球状であり、アルミニウム、マグネシウム、酸素が高濃度であることから、スピネル ($MgAl_2O_4$) と考えられる。また、この球状の酸化物には、ポロシティが確認できず、溶湯との界面に空隙がわずかであったことから、溶湯内で発生及び変態した酸化物であると考えられる。

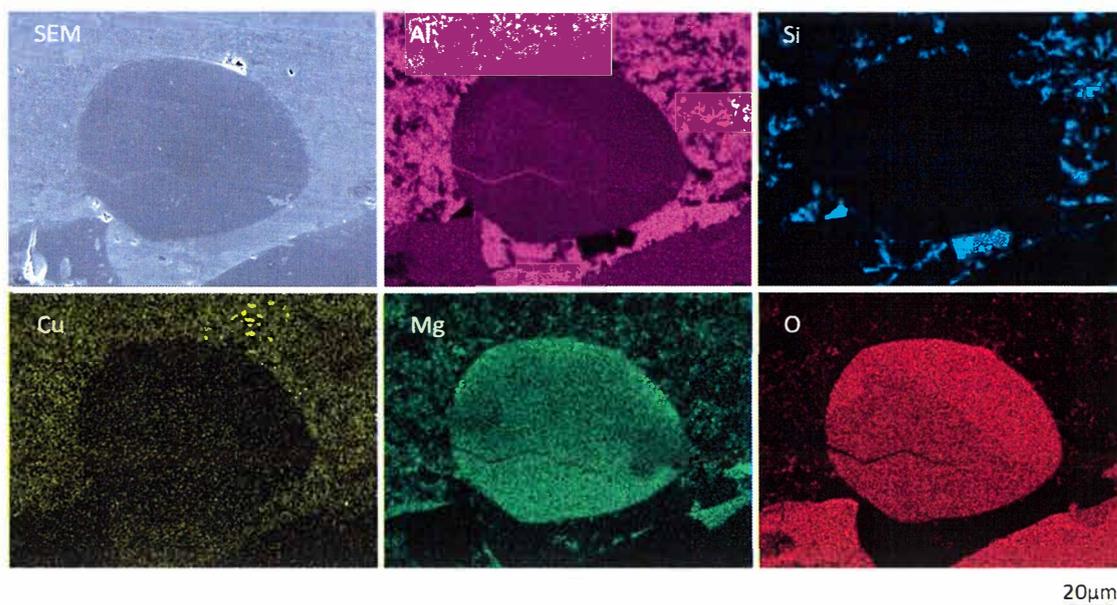


Fig.6.18 SEM photograph and EDS surface analysis of layered inclusions generated inside the specimen at collected from the bottom of the melting furnace.

これら溶湯表面近における介在物は、主に合金元素の酸化であり、また、溶湯処理時のフラックス成分も確認できる。その酸化物の発生は、溶解と同時に、大気と接触することで Al_2O_3 や MgO などを生成し溶湯表面に浮遊する。浮遊する酸化物は、片側は大気と接触しており、溶湯との濡れ性は低いと考えられる。これらは、アルミニウム合金溶湯と比較して比重が高いことから時間の経過とともに沈降することで溶湯へ混入することが考えられる。この時、濡れ性の低い表面には、水蒸気が吸着されるため、溶湯中の水素量が増加することが考えられる。また、溶湯中へ混入した酸化物同士が結合することでスピネルや金属間化合物を生成し、ハードスポットの原因になることが考えられる¹⁷⁾。更に、球状や粒状の酸化物と比較し、皮膜状の酸化物は、溶湯混入時に折りたたまれていたことが考えられる。この折りたたまれた面には、空隙を有し、溶湯との濡れ性が悪く、凝固時にガスを吸着させることが考えられる。この皮膜状の酸化物が多く発生することでポロシティは、より粗大化すると考えられる。

以上より、AD12合金を減圧凝固試験による溶湯評価を実施したところ、試料

の形状や断面観察結果から、溶湯中の水素量だけではなく、介在物がポロシティ発生に影響を及ぼしていると考えられる。

6.4 結言

本研究では、AD12 合金及び AD12.1 合金の介在物量及び水素量が減圧凝固試験のポロシティ発生形態に及ぼす影響について、溶湯中の介在物量、水素量を変化させた溶湯を用いて、減圧凝固法、K モールド法、ランズレー法による水素定量分析により調べた結果、以下の結論を得た。

- 1) 溶湯中の介在物量、水素量が少ない溶湯による減圧凝固試験結果は、試料内部中央にひけの影響が大きいポロシティを発生させ、試料上部もひける。
- 2) 溶湯中の介在物量のみが増加すると、固相より放出されたガスは、溶湯中の酸化物に捕捉され、減圧凝固試料内部に微細なポロシティが分散発生する。
- 3) 溶湯中の水素量のみが増加すると、凝固の進行に従い、ガスは固相界面より液相側へ放出することで、最終凝固部である減圧凝固試料内部中央に粗大なポロシティを発生させ、試料上部中央が膨らむ。
- 4) 溶湯中の介在物量、水素量が増加すると減圧凝固試料内部には、ポロシティは、介在物を生成核としたポロシティが分散発生し、更に、固相より放出された水素により、粗大化し試料上部も大きく膨らむ。

参考文献

- 1) 軽金属協会編：アルミニウム鋳鍛造技術便覧（カロス出版）（1991） 139
- 2) 大西忠一：軽金属 39（1989） 235
- 3) C. E. Ransley and H. Neufeld：J. Inst. Metals 74（1948） 599
- 4) C. E. Ransley and D. E. J. Talbot and H. C. Barlow：J. Inst. Metals 86（1957-1958）
212
- 5) D. J. Neil and A. C. Burr：Trans. AFS 69（1961） 272
- 6) 大谷文太郎：軽金属 9（1959） 62
- 7) 岩清水康二，池浩之，高川貫仁：岩手県工業技術センター研究報告 14（2007）
- 8) 岩清水康二，池浩之，高川貫仁：アルトピア 40（2010） 33
- 9) 大塚良達：軽金属 44（2006） 465
- 10) 品田与志栄，上田俣完，滝頭治：鋳物 61（1989） 920
- 11) 佐藤健二，岩清水康二，山田健太郎：2010 日本ダイカスト会議論文集（2010）
171
- 12) 北岡山治：鋳造工学 **75**（2003） 800
- 13) 軽合金の生産技術教本編集部会：軽合金鋳物・ダイカストの生産技術（財団法人素形材センター）（1993） 315
- 14) 例えば，軽金属協会編：アルミニウム鋳鍛造技術便覧（カロス出版）（1991）
97
- 15) 品田与志栄，上田俣完，西成基：軽金属 33（1983） 445
- 16) 今林守，郭曙勤，市村稔：軽金属 35（1985） 79
- 17) 佐藤健二：鋳造工学 78（2006） 265

第7章 総括

本研究では、アルミニウム合金溶湯の炉前溶湯品質評価法を高精度化する指針として K モールドを活用した新たな評価法と減圧凝固法のポロシティ発生に及ぼす試験条件および介在物の影響を明らかにした。得られた知見を基に、砂型用アルミニウム用 AC7A 合金、AC4C 合金とダイカスト用 AD12 合金それぞれの減圧凝固試験におけるポロシティ発生形態を合金の凝固形態やガス量及び介在物量の及ぼす影響から明らかにした。以下に各章の総括を記す。

第1章は、序論であり、アルミニウム合金鋳造と溶湯清浄化処理方法、溶湯品質評価法とその現状及び課題、並びに本研究の背景と目的について述べた。

第2章では、東北地域の企業と大手先端企業で用いているアルミニウム合金溶湯の評価を行った。その結果、溶湯中のガス量炉前評価法として減圧凝固法が有効であることを示唆したが、減圧凝固法は AD12 合金において試験結果にばらつきが生じやすかった。溶湯中のガス量だけではなく、介在物量や試験条件が試験結果に影響をもたらすことを明らかにした。更に、減圧凝固法における介在物量や試験条件を検討することが課題として見出された。また、合金種の違いによるポロシティ発生形態を明確にすることで本手法の炉前での有効活用が期待できることも示唆した。

第3章では、これまで介在物量の評価方法として利用されている K モールドを活用し、AC7A 合金の靱性に影響を及ぼすけい素の混入量の簡易評価方法について検討した。AC7A 合金は靱性があり、K モールド試験における破断が困難であるが、けい素が混入することで靱性を低下させることから、K モールド試験における破断が容易になる。このことから、微量に混入したけい素と K モールド

試験片の折れ角度の関係を検討した。その結果、合金中のけい素量の増加とともに K モールド試験の折れ角度が低下し、0.17%を超えると試験片が破断することを明らかにした。これにより、K モールド法が介在物評価だけではなく、新たに AC7A 合金中のけい素量評価法としての活用法を見出した。

第 4 章では、Al-Mg 系合金の AC7A 合金の減圧凝固試験でのポロシティ発生に及ぼす試験条件及び介在物の影響について検討した。AC7A 合金は、含有するマグネシウムの影響を受け、酸化物を生成しやすい特性がある。

この AC7A 合金で溶湯清浄度の低い溶湯による減圧凝固試験では、試験圧力の低下により内部に発生するポロシティを粗大化させるが、この要因は、溶湯中のガス量だけではなく、介在物量も影響することを明らかにした。また、これまで溶湯中のガス量評価法として利用されている減圧凝固法の評価には、K モールド法などによる介在物量の評価も併せて行うことが適切であることが分かった。

第 5 章では、Al-Si-Mg 系合金の AC4CH 合金の減圧凝固試験におけるポロシティ発生形態の検討と試験圧力が試験結果に及ぼす影響について検討した。

清浄度の高い溶湯による減圧凝固試料の内部には、微細なひけ状のポロシティが分散発生する。溶湯中の水素量 $0.26\sim 0.29\text{mL}/100\text{g-Al}$ の増加とともに、内部に分散発生するポロシティは、粗大化する。一方で、溶湯中の水素量が $0.22\text{mL}/100\text{g-Al}$ 、介在物量 $K=2.72$ の溶湯による減圧凝固試料は、微細な球状のポロシティが分散発生し、水素量が $5.09\text{mL}/100\text{g-Al}$ に増加すると分散発生するポロシティは、粒径がやや大きくなり、試料上部全体がやや膨らむ傾向にあった。

試験圧力が減圧凝固試料に及ぼす影響については、試験圧力 2.6kPa の減圧凝固試料内部のポロシティが粗大化し、水素量 $0.27\text{mL}/100\text{g-Al}$ の溶湯では、試料

上部が破裂した形跡が確認できる。また、試験圧力 13.3~101.3kPa においては水素量と密度に良い相関が得られることを明らかにした。

第 6 章では、Al-Si-Cu 合金であるダイカスト用合金 AD12 の減圧凝固試験におけるポロシティ発生形態について検討した。AD12 合金は、凝固時に固相-液相間の狭い表皮形成型凝固の形態であり、凝固時に、溶湯中の水素ガスは、固相から液相へと放出され、最終凝固部である内部中央へと放出する。溶湯中の水素量が少ない場合、中央部は合金の凝固収縮にともなってひけを示し、水素量が多い場合は水素が内部へ放出することでガス欠陥に近いポロシティを発生させ、試料上部を膨らませる。更に、溶湯中の介在物量が増加することで、内部中央のひけ及びガス欠陥に近いポロシティは、分散する傾向を示した。これらの結果を基に、ポロシティ発生形態について 5 つのパターンを提案した。

また、溶解炉に発生する介在物について調べたところ、合金の酸化物が主成分であり、薄膜状、粒状、層状の酸化物が発生し、中でも薄膜状の酸化物は、溶湯中で広がることでポロシティを粗大化させることを明らかにした。

本研究成果の活用については、既に岩手県内企業において実用化が進められている。

AC7A 合金を鋳造する企業では、第 3 章で明らかにした K モールドによるけい素の混入量の簡易評価方法を取り入れることでけい素量の確認と介在物量の評価を進めている。更に、溶解後は、第 4 章による結果を踏まえ、減圧凝固法の試験圧力を 4.0kPa にてその清浄度を確認することとしている。

AD12 合金でダイカストを行っている企業では、客先からの品質要求が高まっていることから、操業時はバブリングによる脱ガスを行っている。これまで、操業開始時によるバブリングは時間の設定や作業標準はなかったが、第 6 章の結

果を活用し、自社における脱ガスと清浄度の関係を導き出し、バブリング時間の短縮化をめざしている。また、減圧凝固装置と K モールド法の活用を作業標準にすることで、品質の安定化を進めている。

これまでに簡易評価法として利用された K モールド法や減圧凝固法の詳細を明らかにしたことで、鋳造品が高品質化し、業界が更に発展することを期待している。

謝 辞

本研究は、岩手大学理工学部教授 平塚貞人博士の懇切なるご指導とご教授を賜り遂行したものであり、謹んで感謝の意を表します。

本論文の審査過程において、数々のご助言とご指導を賜りました岩手大学理工学部教授 水本将之博士、同准教授 西川聡博士に謹んで感謝申し上げます。

本研究を遂行するにあたり当初よりご教示、ご助言を賜りました、サトウ Casting 技術研究所所長 佐藤健二博士に謹んで感謝申し上げます。

また、本研究に際し、調査研究にご協力を頂いた岩手非鉄金属加工技術研究会会員各位に心より感謝申し上げます。

本研究の実施にあたり、深いご理解とご支援を賜りました、岩手県工業技術センター歴代理事長、副理事長、業務の調整をしていただくとともに、温かい励ましのお言葉とご助言を頂きました、岩手県工業技術センター素形材プロセス技術部首席専門研究員兼部長 池浩之博士、連携推進コーディネーター（前材料技術部部長） 佐々木英幸博士、上席専門研究員 高川貫仁博士、主任専門研究員 黒須信吾博士、素形材プロセス技術部員はじめ工業技術センター各位に心より感謝申し上げます。

また、高校生時代、岩手大学への進学を導いて頂きました岩手大学教育学部教授 溝口昭彦氏並びに鑄造に携わるきっかけを頂いた同人文社会科学部教授 阿部裕之氏に心より感謝申し上げます。

日頃より、温かい励ましのお言葉を頂きました岩手県県土整備部河川課主査 佐藤佳之博士、同商工労働観光部ものづくり自動車産業振興室主任 及川和宏氏に心より感謝申し上げます。

最後に、本論文をまとめるにあたり、陰ながらいつも支え、応援してくれた妻 美恵、長男 康太そして本論文の執筆中に旅立った亡き愛犬よしおに心より感謝いたします。