

VADER法に関する 冶金的特徴と最適鑄造条件

水上 秀昭*・森 健太郎*²・尾関 昭矢*³・中川 大隆*・加藤 彰*・矢田 明*

Metallurgical Characteristics and Optimum Casting Conditions on VADER Process

Hideaki MIZUKAMI, Kentarō MORI, Akichika OZEKI, Hirotaka NAKAGAWA, Akira KATO and Akira YADA

Synopsis : The VADER (Vacuum Arc Double Electrode Remelting) process introduced by Special Metals Corp. in 1982 is a noticeable new vacuum melting and casting technology. This process has potential as an alternative for powder metallurgy in superalloy production, because the as cast VADER ingot might be forged directly due to the uniform fine grain structure and low level of macro-segregation.

Metallurgical characteristics of VADER process such as formation mechanism of molten metal droplets, optimum casting conditions and hot workability of as cast ingot were studied by melting and casting stainless steel and Ni-base superalloy using an experimental VADER equipment.

Fine grain structure of 100~200 μm free of micro void was obtained under conditions of low super-heat of molten metal droplets (10~30°C) and low casting speed (several cm/min) in the case of 90~200mm ϕ ingots cast into steel molds. The hot workability of as cast Ni-base superalloy ingot was equal to that of forged material.

Key words : vacuum ; arc ; remelting ; electrode ; molten metal droplet ; casting superalloy ; fine grain ; micro void ; hot workability.

1. 緒言

1982年の第7回ICVMにおいて、米国スペシャルメタルズ社よりFig. 1に示すVADER^{1)~3)} (Vacuum Arc Double Electrode Remelting)法が紹介された。本法は真空容器内で、対向する2本の消耗電極間にアークを発生させ、電極先端より滴下する液滴を下方に設置した鑄型内へ連続的に滴下して凝固させるプロセスである。

VADER法においては、電極先端より滴下する液滴は、スーパーヒートされる以前に部分的には半溶融の状態で鑄型内へ鑄込まれ、さらに鑄型内においては、半溶融プール内での多数の凝固核の発生が期待できることから凝固組織は微細化する。これにより鑄塊内マクロ偏析が低減するばかりでなくAs Cast状態での加工性も向上するとされている。航空機用ニッケル基のスーパーアロイの中には、アークが電極とメタルプール間で発生する従来のVAR (Vacuum Arc Remelting)法では、結晶粒の粗大化、マクロ偏析の生成等により鍛造工程を経由することができず、粉末法 (PM法)に頼らざるを得ないものがある。一方、VADER処理によればAs Cast状態での熱間加工性が向上するため、材料の直接

鍛造が可能となる。このことから、VADER法は新たな真空再溶解法として注目されている⁴⁾が、その最適鑄造条件など詳細は不明である。

そこで本報では、実験室的規模のVADER装置を試作し、電極先端での液滴の形成挙動、最適凝固条件、および本プロセスで得られる鑄塊のAs Cast状態での材質、熱間加工性などVADERプロセスの冶金的特徴に関して検討したもので

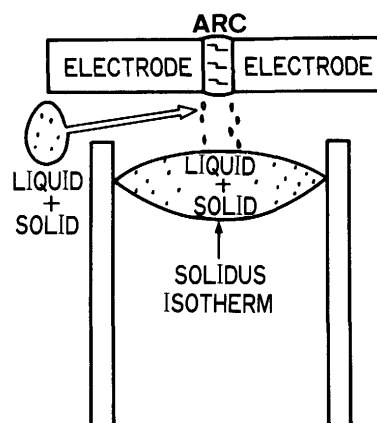


Fig. 1. Schematic view of VADER process.

平成4年3月24日受付 平成4年9月4日受理 (Received on Mar. 24, 1992; Accepted on Sep. 4, 1992)

* NKK総合材料技術研究所 (Materials and Processing Research Center, NKK Corporation, 1 Kokan-cho Fukuyama 721)

* 2 NKK総合材料技術研究所 (現: 福山製鉄所) (Materials and Processing Research Center, now Fukuyama Works, NKK Corporation)

* 3 NKK新規事業センター (New Business Center, NKK Corporation)

Table 1. Experimental conditions.

Melting current	Max. 5000A
Electrode dia.	Max. 150mm
Ingot dia.	Max. 200mm
Mold rotation	Max. 120rpm
Atmosphere	0.01—0.001torr

ある。

なお、最近では旧ソビエト⁵⁾や中国⁶⁾においてもVADER法の研究、開発が進められている模様である。

2. 実験方法

2・1 溶解、鑄造

真空中容器内に対向する2本の消耗電極を配置し、これに直流電源を接続することにより電極間にアークを発生させる。下方には電極先端より滴下する液滴を捕集する鑄型がある。この鑄型は鉄製であり、液滴が鑄型内に均一に分散するように回転する。主な溶解・鑄造条件をTable 1に示す。注湯速度 (casting speed) は鑄型内での湯面の上昇速度で定義した。Table 2には実験に供した溶解材の化学組成を示す。鑄造実験に先立ち、電極間での液滴の形成挙動および溶解電流と溶解速度の関係、電流密度と落下する液滴の温度の関係を調査した。落下する液滴の測温は、微小なシリコン素子を一列に多数配列した一次元イメージセンサー(リニアレイ)を用い、落下方向に対して直角すなわち水平にその視野を設け、その視野を通過する際の粒滴の放射輝度を検出する原田ら⁷⁾の方法により行なった。

得られた鑄塊については、鑄塊の形状、マクロ組織およびミクロ組織の観察を行なった。また、チェック分析により偏析の調査およびVADER処理による精錬効果についても調査した。さらに、インコネル625についてはAs Cast材の熱間加工性の調査として高温高速ねじり試験(10mm ϕ , 100 rpm)、および高温高速引っ張り試験(6 mm ϕ , $\dot{\epsilon}$ =10/s)を実施し、通常インゴット材および鍛造材との比較を行なった。これらの試験片は鑄塊のL方向より採取した。また、本実験設備を用いて200 ϕ インゴットを鑄造しAs Cast状態で直接熱間押し出し試験も実施した。

さらに、TiAl,6.5%Si鋼など他の難加工材の試験溶解も実施した。

2・2 凝固計算

鑄造実験と並行して、非定常伝熱解析によりVADER鑄塊の凝固時における凝固プロフィールを推定した。この解析は以下のように行なった。

鑄塊の径方向、高さ方向の軸対称二次元熱伝導を考慮し、数値計算は前進差分法で行なった。鑄型へ落下する粒滴群の注湯速度、 V_c と高さ方向の計算メッシュ、 Δh から決定される時間、 $\Delta t (= \Delta h / V_c)$ ごとに、厚み Δh の溶湯が鑄型内へ供給されるとした。また、電極表面およびアークからの輻射による鑄型内湯面への入熱および鑄型からの輻射によ

Table 2. Chemical compositions of melting materials used.

	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Nb	Fe
Sus-304	0.06	0.5	1.0	9.0	18.5			
Sus-316	0.06	0.5	1.0	11.0	16.5	2.5		
Inconel-625	0.02	0.05	0.01	65.0	22.0	9.0	4.0	1.5

る抜熱を考慮した。鑄塊／鑄型間の熱伝達係数、 α については、鑄塊の収縮や鑄型の膨張によるギャップの生成により時間変化するが、ここでは高さ方向および時間によらず一定と仮定し、シミュレーション結果が⁸⁾、別に行なったサルファー添加テストによるメタルプール顕出結果、鑄塊内および鉄鑄型の測温結果と一致する値を採用した。この値は静止鑄型での鑄塊／鑄型間の熱伝達係数300~700W/m²K⁹⁾におおよそ一致した。なお、インコネル625については計算に必要な物性値が整っていないためSUS304について計算した。

3. 実験結果および考察

3・1 溶融挙動および液滴の温度

Photo.1に観察された電極間アークならびに液滴形成状況の一例を示す。写真から明らかに、低圧雰囲気中では電極の対向する面のほぼ全面からアークが発生している。アークの輝度はそれぞれの電極近傍で高く、両電極の中間部では比較的低い。電極先端からは周期的に液滴が落下する。この粒径は10mm程度であり、頻度は溶解条件に依存するが、溶解電流を上げると、個々の液滴は区別できず連なって鑄型内へ落下するようになる。

Fig. 2には 6.65×10^{-1} Paにおけるアーク電流と溶解速度の関係を示す。図中には異なる3種類の径の電極での計測結果を示したが、いずれの場合にも溶解速度は溶解電流の増大とともに直線的に増加した。溶解速度を同じ溶解電流で比較した場合、電極径の増大とともに減少する傾向にある。また、電極溶融のための臨界電流値が存在し、ある一定の電流値を越えた場合に初めて電極溶融が開始される現象が認められた。この臨界電流は電極径の増大とともに高電流側へ移行した。なお、減圧下でのアーク挙動と電極溶融現象についての詳細は溶接アーク物理研究会に報告した⁹⁾。

Fig. 3にはリニアレイを用いた液滴の測温結果を示す。図より明らかなように、液滴の温度は電流密度の増大とともに上昇し、約30A/cm²の時に液滴の過熱度はおおよそ50℃であった。電流密度が20A/cm²以下の低電流密度領域では、液滴の温度は液相線温度より10~30℃高いと推定された。

Fig. 2とFig. 3から、電極径および溶解電流を選ぶことにより溶解速度(注湯速度)と落下する液滴の温度を任意にコントロールすることができる。

3・2 凝固計算結果

Fig. 4には直径90mmの鉄製鑄型に1.5, 2.5, 5 cm/min.

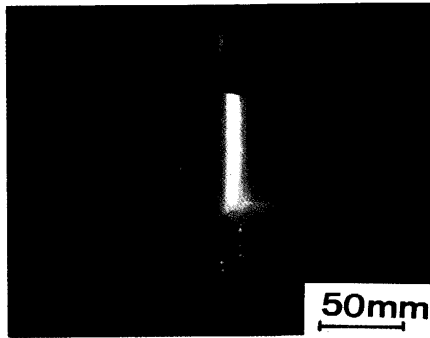


Photo. 1. Typical droplet transfer during melting.

の注湯速度で20cm高さまで注湯した時点の鑄型内インゴットおよび溶湯の温度プロフィールを示す。これはSUS304の例であり、液相線温度は1450℃、固相線温度は1400℃である。Fig. 4より $V_c=1.5\text{cm/min}$ では最上部はほぼ固相線温度であり、滴下した液滴が瞬時に凝固完了すると推定される。 $V_c=2.5\text{cm/min}$ では鑄型内湯面温度は液相線温度の1450℃にほぼ等しく、最上部に固一液共存相が充分存在する。なお、滴下する液滴の温度は1475℃ ($\Delta T=25^\circ\text{C}$) として計算したが、スーパーヒートによる差は小さかった。注湯速度を $V_c=2.5\text{cm/min}$ と固定してインゴット径を50mm, 90mmおよび180mmと変化した時のインゴット内温度プロフィールを計算すると、鑄型内への入熱と鑄型からの抜熱のバランスから容易に類推されるように、同じ注湯速度でもインゴット径が大きくなると固一液共存領域は深くなった。

3.3 インゴット性状

3.3.1 インゴットの形状

Photo.2にはSUS304について注湯速度とインゴット形状の関係をL断面マクロサンプルで比較した。注湯速度 V_c が $V_c=1.5\text{cm/min}$ のように極端に遅い場合には、前述の凝固計算結果であるFig. 4からもわかるように、鑄型内に鑄込

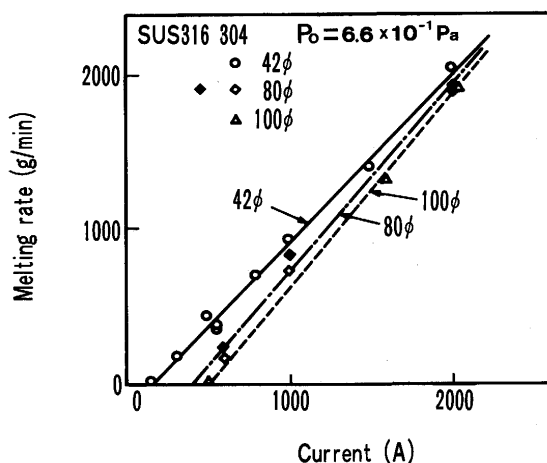


Fig. 2. Relationship between melting current and melting speed of three electrodes with different diameter.

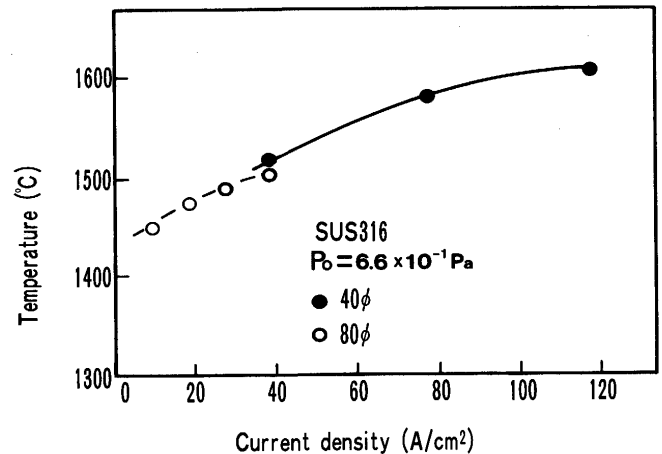


Fig. 3. Influence of current density on metal droplet temperature.

まれた液滴が滴下位置近傍で瞬時に凝固完了してしまい、鑄型内の隅々まで溶湯が供給されるような状態にならないため、健全な円筒状の鑄塊は得られない。一方、 $V_c=2.5\text{cm/min}$ では充分な固一液共存領域が存在するようになり、健全な形状の鑄塊が得られるが、鑄塊頭部に収縮孔が形成されるようになる。また、鑄型の回転による遠心力により鑄塊頭部はコーンケブ状を呈した。また、Photo.3にはC断面のカラーチェック結果を示す。このように、注湯速度が遅い場合には湯廻り不良の欠陥が表面に発生した。

3.3.2 マクロおよびミクロ組織

Photo.4には $V_c=3\text{cm/min}$ と $V_c=10\text{cm/min}$ の注湯速度でVADER処理したインコネル625材のC断面におけるマクロ組織を電極の残材(150kg真空溶解炉で溶解し、通常の造塊法により得られた鑄塊)と比較して示す。また、Photo.5には $V_c=3\text{cm/min}$ のVADER処理材のミクロ組織を造塊材と比較して示す。注湯速度を $V_c=10\text{cm/min}$ として鑄型内への供給熱量を大きくすると、凝固組織はデンドライト化し造塊材の凝固組織に類似した組織となった。一方 $V_c=3$

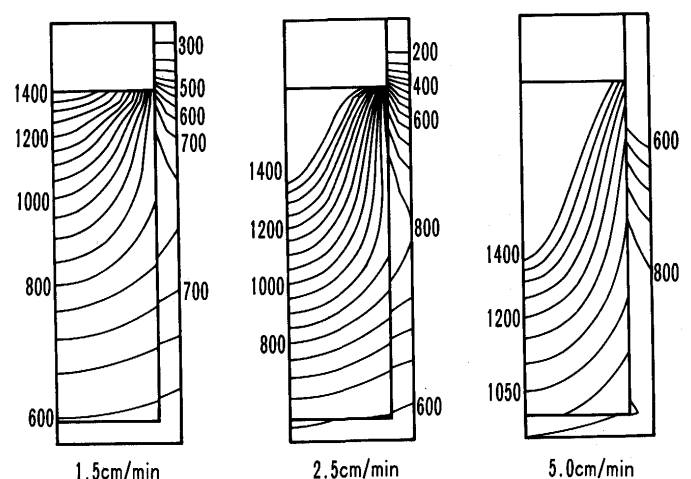


Fig. 4. Solidification profile of ingot (90mm dia.).

cm/minでは微細等軸晶粒組織となり、その粒径は100—200 μm であった。また、注湯速度が $V_c=1.5\text{cm/min}$ のように極めて遅い場合にはPhoto.6に示すような20—30 μm のマイクロポロシティが多数観察された。

種々の注湯速度で鋳造したインコネル625のVADER処理材について、オーステナイト粒径（JIS切断法により測定）およびマイクロポロシティ占有率（JIS非金属介在物試験法に準拠）の測定を行なった結果をFig. 5に示す。図から明らかなように、 V_c が増加すると結晶粒径は大きくなり、 $V_c>7\text{cm/min}$ ではPhoto.4に示したように粒状的な組織は崩れ、粗大オーステナイト粒組織となる。また、マイクロポロシティは V_c が増加するにつれて減少し、 $V_c>4\text{cm/min}$ ではほとんど観察されなくなる。Fig. 6には前述のシミュレーションで得られた固—液共存相深さ、 d をパラメーターにして、オーステナイト粒径およびマイクロポロシティ占有率をSUS

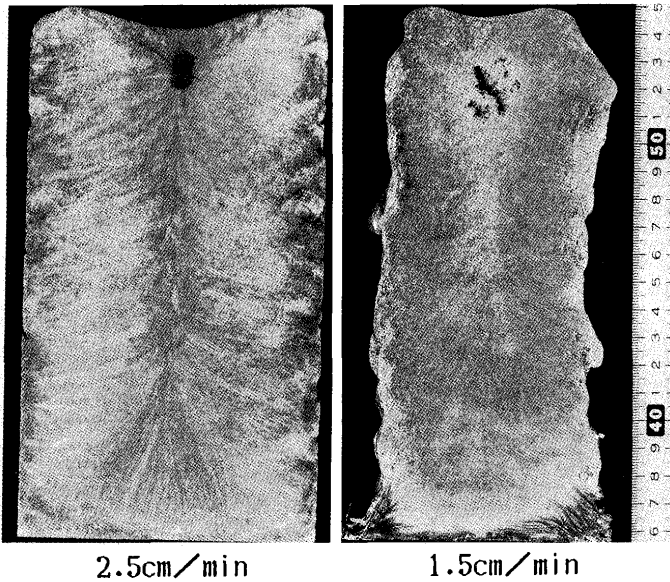


Photo. 2. Influence of casting speed on ingot shape.

材について整理したものである。固—液共存領域が深いほどマイクロポロシティ占有率は減少するが、これは凝固収縮時にポロシティへの残溶鋼の補給が容易なためと考えられる。また、注湯速度が遅い程結晶粒径が小さい理由は、鋳型内上部の未凝固溶湯の温度が低く、多数の核発生に有利なためと考えられる。 $V_c>7\text{cm/min}$ 以上では、湯面温度は液相線温度以上となるために結晶の成長速度が大きくなり、凝固組織はデンドライト化すると推定される。

3・3・3 チェック分析

Fig. 7にはVADER処理したSUS316材におけるサルファアのインゴット半径方向の濃度分布を示す。鋼の連続鋳造で認められるような軸芯部の中心偏析は観察されなかった。

Table 3にはVADER処理前後における主要成分の変化を示すが、ガス成分を含めて特に顕著な差は認められず、精錬効果は少ないことが判明した。このことは電極先端から滴下する液滴が、充分過熱されないうちに滴下してしまい、さらに鋳型内ではVARのような熱源もないことからメタル温度も低く、真空溶解とは言え充分な精錬温度、精錬時間が確保されないためと思われる。したがって、VADER法は、あくまでも凝固組織制御および偏析制御に有効なプロセスであると言える。

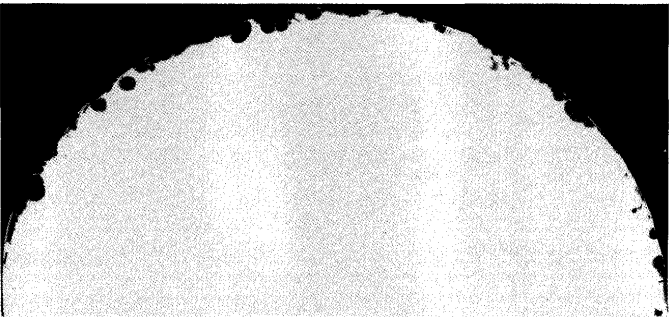


Photo. 3. Typical surface defect at low casting speed (90mm dia. ingot).

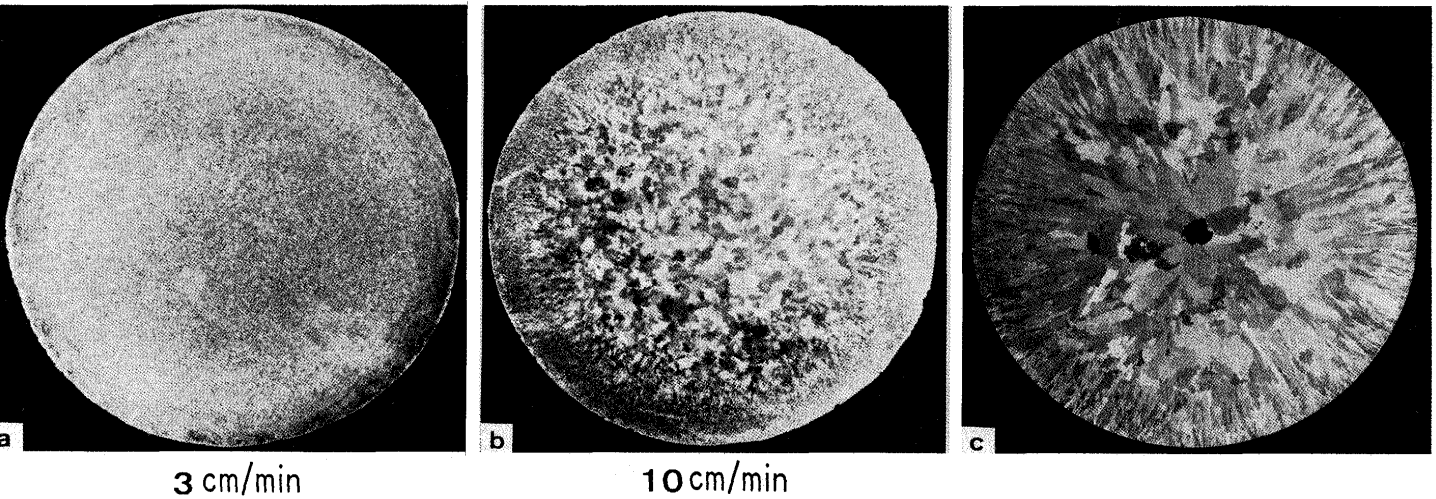


Photo. 4. Macrostructure of VADER ingots (a and b) and conventional cast ingot (c) (90mm dia.).

3・3・4 熱間加工性

VADER処理を行なったインコネル625について高温高速引っ張り試験および高温高速ねじり試験を行なった結果をFig. 8に示す。比較のため通常の造塊材および鍛造材の試験結果も同時に示した。

このように、 $V_c = 5 \sim 6$ cm/minで破断値は最大となり、鍛造材の値にほぼ匹敵する値となった。一方、ねじり試験値も $V_c = 5$ cm/min近傍で最大となり、この時鍛造材のおよそ70%に達した。前述のFig. 5と比較すると V_c が増加するにつれてミクロポロシティが減少し、このことに

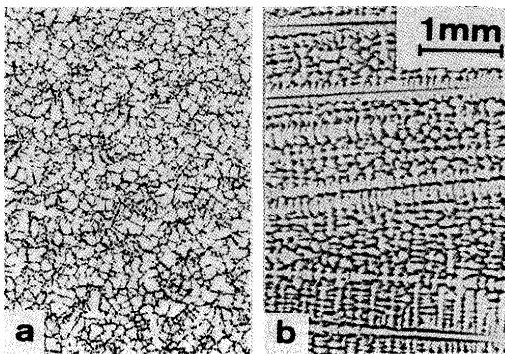


Photo. 5. Microstructure of VADER ingot (a) and conventional cast ingot (b) (90mm dia.).

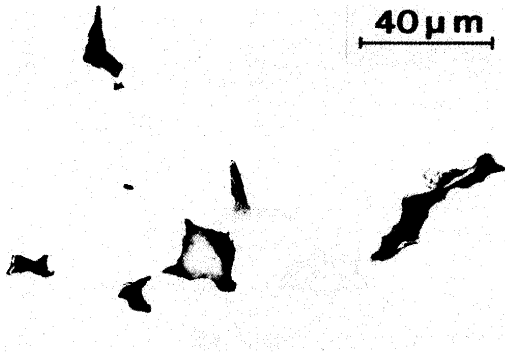


Photo. 6. Microporosity in the ingot at low casting speed.

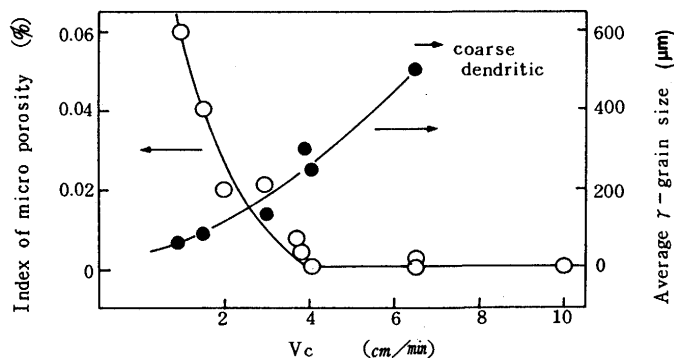


Fig. 5. Influence of casting speed on inner quality of ingot (90mm dia.).

より熱間加工性も上昇する。一方、 V_c があまり大きくなると結晶粒の粗大化が起り、加工性が低下すると説明できる。 $V_c = 5$ cm/min近辺の領域 ($\Delta T = 10 \sim 30^\circ\text{C}$) ではミクロポロシティがほとんど存在せず、しかも結晶粒も微細であることから、注湯速度 V_c をミクロポロシティが発生しない範囲で極力遅くして微細結晶を得るような鑄造条件が熱間加工性向上につながり、VADER法の最適鑄造条件と言える。

3・4 VADER凝固の特徴

以上、VADER法における液滴の形成挙動、最適凝固条件、As Castインゴットの内質および熱間加工性について述べてきたが、以下に凝固上の特徴について検討した。

前述したような微細結晶組織が得られた大きな理由の一つに注湯速度が従来の鑄造法（連続鑄造、普通造塊法）に

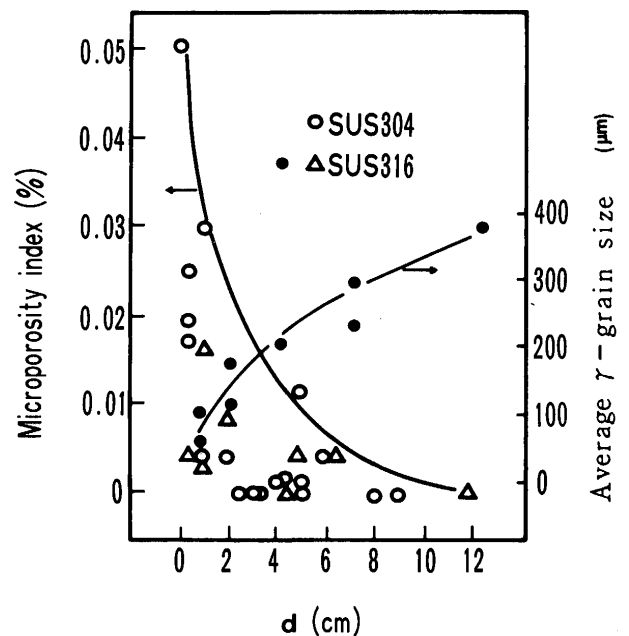


Fig. 6. Relationship between depth of semi-solid region d and inner quality of ingot.

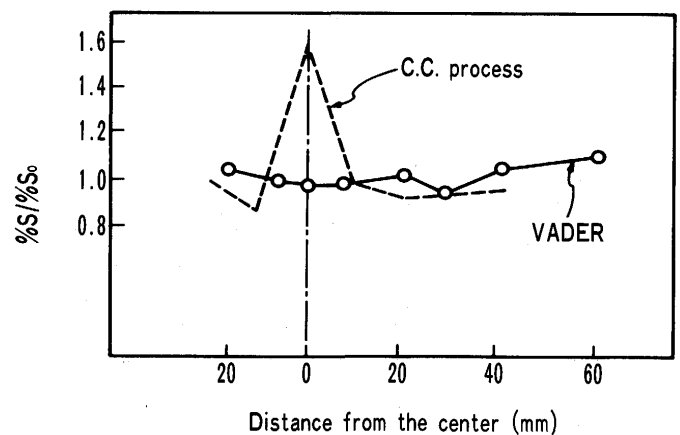


Fig. 7. Sulphur distribution in the radial direction of ingot.

Table 3. Variation of chemical composition before and after melting(Inconel 625).

	C	Si	Mn	S	Ni	Cr	Mo	Nb	Ti	Al	Fe	N	O
before melting	0.024	0.05	0.01	0.0013	64.52	21.32	8.65	3.76	0.21	0.17	1.20	0.0043	0.0041
after melting	0.022	0.04	0.01	0.0012	65.09	21.56	8.72	3.56	0.20	0.13	1.63	0.0041	0.0037

較べて非常に遅いことが上げられる。Fig. 9には今回の実験結果をもとに凝固組織におよぼす注湯速度および落下する液滴の過熱度の影響を示す。図中には著者らが行なった他の微細結晶組織を得るプロセス“粒滴凝固法”¹⁰⁾、および普通造塊法において注湯速度を大幅に変えた実験結果も同時に示した。インゴット径は90mmで、SUS316の結果である。この図から液滴（溶湯）の過熱度と注湯速度を適切に選ぶことにより、鑄造法によらず広い注湯条件下で微細結晶組織が得られることがわかる。普通造塊法においても注湯速度を極めて遅くすることにより微細結晶組織を得ることができたことから、VADER法は、溶湯過熱度が10～30℃の液滴を極めて遅い注湯速度で鑄造するプロセスすなわち、超低速鑄造を可能としたプロセスと考えることができる。なお、他の微細結晶組織を得る鑄造法の一つであるスプレーフォーミング法(オスプレイ法)¹¹⁾¹²⁾およびレオキャスト法¹³⁾は、それぞれ固液共存状態の粒滴を連続的に堆積凝固させる方法および、半熔融状態の溶湯を鑄造する方法であり、Fig. 9の“粒滴凝固法”よりさらに低温度側の領域での鑄造法と言うことができる。

3・5 スケールアップ

以上、90mmφのインゴットについて凝固組織および熱間加工性の調査結果を述べてきたが、次にスケールアップ時の最適鑄造条件について、3-2で述べた伝熱計算により推

定した。

前述したように $V_c=2.5\text{cm/min}$ に固定してインゴット径を50mmから90mm, 180mmと大径化すると、同一鑄造速度でもインゴット径が大きくなるにつれて、固-液共存相が深くなる傾向にあり、固-液共存相深さとミクロポロシティおよび結晶粒径の関係を示した前述のFig. 6と対比させると、大径化した場合の最適鑄造速度は遅い方にシフトすると推定される。本実験設備を用いて200mmφインゴットを鑄造した時の注湯速度とミクロポロシティの関係はFig. 10のようになり、最適注湯速度が低速側にシフトしていることが確認された。Photo.7には、このインゴットのマクロ写真を示す。この200φインゴット ($V_c=2.2\text{cm/min}$) を実際にAs Cast状態で、熱間押し出した結果、内外面にヘゲ、ラップ、ワレ等の欠陥は認められず、VADERインゴットを、鑄造工程を経由することなく直接熱間押し出すことができた。

3・6 他の金属材料への適用

本VADERプロセスは、チタン合金⁶⁾、TiAl等の金属間化合物、6.5%珪素鋼など他の難加工材や偏析が問題になる材料への適用が考えられる。これらの材料を実際にVADER処理した結果通常の溶解法では得られない微細結晶組織が得られた。Photo.8には一例としてTiAlのマクロ組織を通常法と比較して示す。

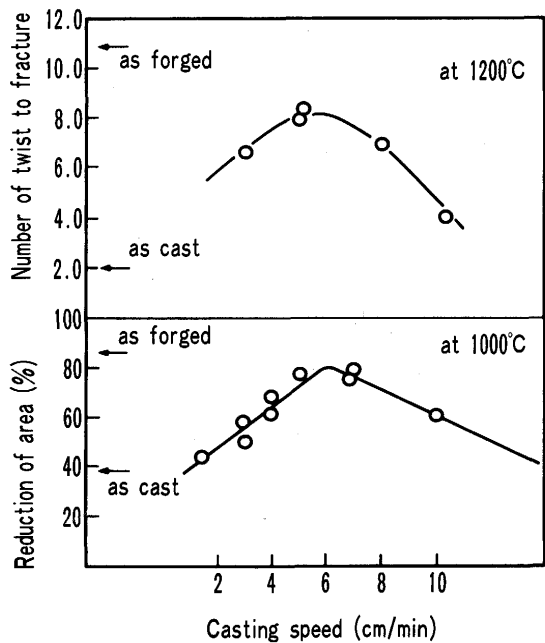


Fig. 8. Relationship between casting speed and hot workability of as cast ingot.

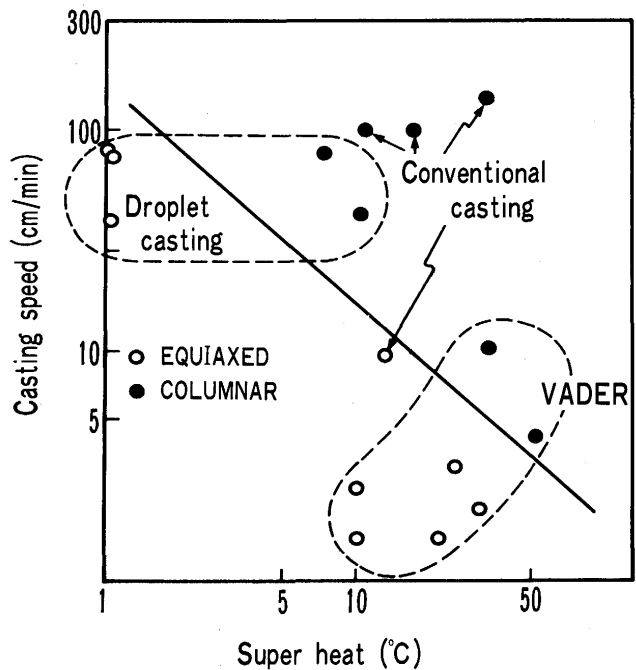


Fig. 9. Effect of casting speed and molten metal temperature on solidification structure.

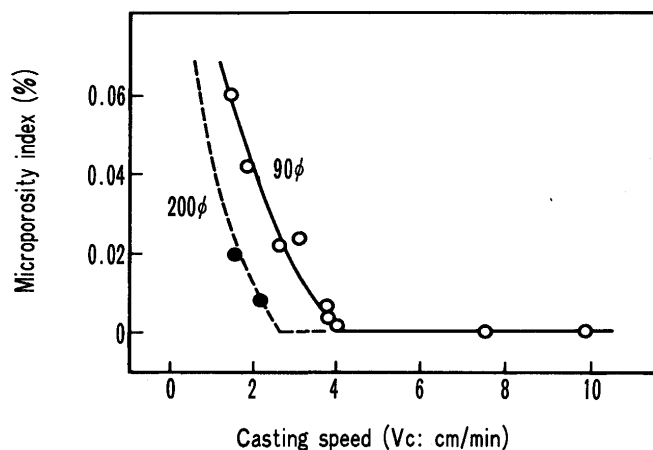


Fig. 10. Influence of casting speed on microporosity in ingot (200mm dia.).

4. 結論

実験室的規模のVADER装置を試作し、電極先端での液滴の形成挙動、最適鑄造条件およびAs Cast状態での材質、熱間加工性などVADER法の冶金的特徴について調査した。

その結果、ニッケル基のスーパーアロイ(インコネル625)を、90~200φの鉄製の鑄型に鑄造する場合、10~30℃と溶湯過熱度が極めて低い液滴を数cm/minの極めて遅い注湯速度で鑄造する条件において、ミクロポロシティを発生させないで通常のインゴット材では得られない100~200μmの微細な結晶組織が得られた。またAs Castの状態では鍛造材にほぼ匹敵する熱間加工性を持つことが確認された。

文 献

- 1) F. H. Soykan and J. S. Huntington: U. S. Patent No. 4261412
- 2) K. O. Yu, F. H. Soykan and C. B. Adaszczik: Proceedings of the 7-th International Conference on Vacuum Metallurgy, Tokyo, (1982), p. 1282
- 3) W. J. Boesch *et al.*: Technical Report of Special Metals Corp., (1982)
- 4) W. J. Boesch, J. K. Tien and T. E. Howson: Metal Progress, (1982)10, p.49

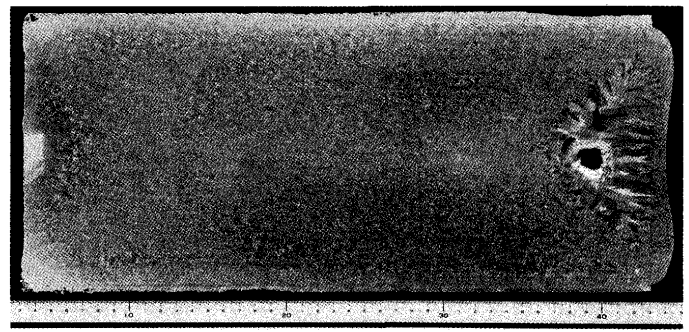


Photo. 7. Macrostructure of longitudinal section of ingot (200mm dia.).

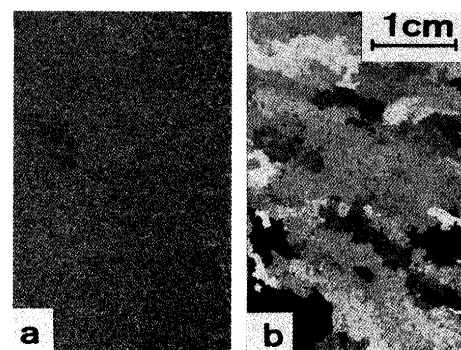


Photo. 8. Macrostructure of TiAl manufactured by VADER process (a) and conventional cast (b).

- 5) Yu. E. Vasil'ev, A. G. Shalimov *et al.*: Steel in the USSR, 17(1987), p.30
- 6) Jia-long Xu, Chao-shan Tong, J. Fu and Zi-ji Yuan: Proceedings of the 9-th International Conf. on Vacuum Metallurgy, San Diego, (1988), p.479
- 7) 原田 直樹, 佐野 和夫, 細田 義郎, 中川 大隆: 鉄と鋼, 62 (1987), S648
- 8) Von A. Diener, A. Drastik and W. Haumann: Arch. Eisenhüttenwes., 13(1972), p.525
- 9) 中川 大隆, 鈴木 元昭, 渡邊 之, 加藤 彰: 溶接学会 溶接アーキ物理研究委員会資料, (1987)
- 10) 水上 秀昭, 森 健太郎, 高橋 謙治, 尾関 昭矢: 鉄と鋼, 62 (1987), S644
- 11) A. R. E. Singer: Metals and Materials, (1970) 6, p.246
- 12) 伊丹 哲: 鉄と鋼, 77 (1991), p.2084
- 13) M. C. Flemings, R. G. Rieka and K. P. Young: Mater. Sci. Eng., 25(1976), p.103