

AZ91Dマグネシウム合金の半凝固成形と機能強化

長田 貢一^{*1}、彦坂 武夫^{*1}、木村 與司雄^{*1}

Functional Reinforcements and Semi-liquid Forming of AZ91D-Magnesium Alloy

Kohichi OSADA, Takeo HIKOSAKA, Yoshio KIMURA

Technical Consulting Division, AITEC^{*1}

AZ91Dマグネシウム合金の機械攪拌による半凝固及び少量のSiC粒子添加による機能性付与並びに半凝固成形の検討を行った。固相率13%の半凝固溶湯に0.6 μm SiC粒子を0.5vol%添加した試料は、引張強さ391MPa、0.2%耐力334MPa、伸び2%が得られた。また、耐摩耗性、耐熱性についても無添加材に比べ向上が図られた。高温変形特性は、固相率13%材及びそれにSiC粒子を0.5vol%添加した試料は、ひずみ速度感受性指数 $m=0.30$ 以上、最適ひずみ速度 10^{-2}s^{-1} 以上、伸び200%が得られ、高速超塑性発現が図られた。また、板状金型の半凝固成形の基礎的な鑄造データを得た。

1. はじめに

前報¹⁾ではAZ91Dマグネシウム合金の高強度化を図るため、機械攪拌法により半凝固溶湯を溶製し、加工熱処理を施すことにより、通常のダイカスト材の約2倍の強度を得た。しかし、この材料は六方最密格子の結晶構造を有するため、伸びが少なく延性に乏しい。そのため、比較的低コストで成形できる、曲げ・絞り・鍛造などの塑性加工への適用が困難である。また、様々な用途開発をするためには、機械的強度だけでなく、耐熱性や耐摩耗性などの特性の改善も、塑性加工性と同様に重要な課題である。

一方、半凝固マグネシウム合金溶湯は初晶が既に溶湯中に晶出した状態であり、凝固までの時間が非常に短いので、それを成形するための条件設定を図ることは実用化において有意義である。

本研究では、AZ91Dマグネシウム合金の機能性を向上させるため、半凝固溶湯に少量のSiC粒子を添加し作製した材料で、強度、耐熱性、耐摩耗性及び超塑性特性について検討した。

また、本材料を半凝固成形するための鑄造条件として、板状金型を装着したダイカスト成形装置により、溶湯温度、金型温度、射出速度を検討した。

2. 実験方法

2.1 機能強化の検討

2.1.1 供試材の溶製

溶湯攪拌装置を用いてAZ91Dマグネシウム合金4.5kgをステンレス製のつぼ中で923Kにて溶解し、溶湯を攪拌羽根で回転数 10s^{-1} で攪拌しながら0.2wt%Sb及び1wt%Caを添加し、組織の微細化、溶湯酸化及び燃焼防止のための成

分調整を行った^{1), 2)}。

次に、473Kに予熱した平均粒子径0.6 μm のSiC粒子を添加して、固相率13%が得られる863Kまで冷却して7.2ks攪拌を行った。なお、溶解時にはSF₆とCO₂を1:100に混合したガスをつぼの上から吹き付けてシールドした。SiC粒子の添加量は0、0.5、1、2、3vol%とした。この溶湯を溶湯鍛造装置により100MPaで加圧鑄造し、 $\phi 65 \times 130\text{mm}$ の鑄造材を得た。金型温度は573Kとした。

2.1.2 加工熱処理

熱間押出加工は、鑄造材を $\phi 60 \times 100\text{mm}$ に切削してピレットとし、金型コンテナ温度593K、押出比56で行い、 $\phi 8\text{mm}$ の丸棒を得た。

熱間圧延加工は、この丸棒材を $\phi 6 \times 45\text{mm}$ に切削した試料をステンレスパイプ中に挿入し、単ロール式圧延加工装置によりバック圧延を行った。圧延温度は623Kとし、1パス圧延ひずみ0.2とした。加工は、圧延温度に1.8ks保持し、その後、1パス加工するごとに0.3ks再加熱する作業を繰り返し、最終板厚0.8mmの薄板材を得た。

2.1.3 組織試験及び引張試験

各試験片をフェノール樹脂にモールドした後、SiC耐水研磨紙及びバフによる研磨を施した。エッチングは、酢酸20ml、硝酸1ml、エチレングリコール60ml及び蒸留水90mlを混合した水溶液を使用した。また、組織観察は、光学顕微鏡及び共焦点レーザ顕微鏡を用いた。

前報¹⁾と同様に熱間押出材をT6熱処理した後、長さ150mm、平行部径 $\phi 6\text{mm}$ 、標点距離21mmの試験片を作製した。試験にはインストロン型精密万能試験を用いて引張速度0.033mm/sで試験した。

^{*1}技術支援部 加工技術室

2.1.4 摩耗試験

T6熱処理した熱間押出材を、 $45 \times 5 \times 6$ mmの直方体に切削し、試験片を作製した。試験は、大越式迅速摩耗試験機により相手材として合金工具鋼SKD11(HRC60)を用い、試験荷重5N、摩擦速度0.20、0.45m/s、摩擦距離100mとした。

2.1.5 高温硬さ試験

熱間押出材を $\phi 7 \times 7$ mmに切削加工し、試料観察面は鏡面研磨仕上げを施した。試験は、高温顕微硬度計を用いて室温から673Kまでのビッカース硬さHV0.05で測定した。

2.1.6 高温変形試験

高温変形試験は、熱間圧延材の圧延方向を引張方向とした、平行部幅4mm、標点距離は5mmの試験片を作製し、インストロン型高温引張試験装置で行い、ひずみ速度 $1.2 \times 10^{-3} \sim 1.2 \text{ s}^{-1}$ 、試験温度300～773Kで行った。

2.2 板状金型への成形

板状金型への成形は、2.1.1においてSiC粒子を添加しない溶湯で行った。半凝固溶湯を、予め電気炉で863Kに予熱した黒鉛のつぼで約350g汲み出して、半熔融成形加工装置の溶湯コンテナへ注湯し、直ちに加圧鋳造した。金型は $50 \times 250 \times 6$ mmの板状金型を用い、鋳造条件は、金型温度469～543K、射出速度1～8m/s、溶湯温度843～883Kとした。

3 . 実験結果及び考察

3.1 機能強化材の特性

3.1.1 組織及び引張強度特性

図1は、2vol%SiC粒子を添加した押出材の組織を示す。押出方向に初晶と共晶の組織が引き伸ばされている。初晶中にはほとんどSiC粒子が存在しない。共晶組織中のSiC粒子の分散状態は、一部のSiC粒子の凝集を除いてほぼ均等に分布している。一般に、溶湯中から晶出した初晶は、不純物を排除することから、SiC粒子は、粒界や共晶部に集合したものと考えられる。

次に、SiC粒子の添加量が組織へ及ぼす影響を図2に示す。いずれの添加量でもSiC粒子は、図1と同様に共晶部分に均一に分布しているのが確認される。0.5vol%SiC材は、黒いSiC粒子の凝集塊も少なく、初晶と共晶組織が比較的均一なものが得られた。しかし、SiC粒子添加量が増えると、SiC粒子の凝集塊の数と大きさが増加し、SiC粒子の分散状態が悪く、初晶と共晶組織も若干不均一になることが分かった。

図3は、SiC粒子添加量と引張強さ、0.2%耐力及び伸びの関係を示す。なお、比較のため粒子無添加材のデータを併記した。引張強さ及び0.2%耐力は、0.5vol%の

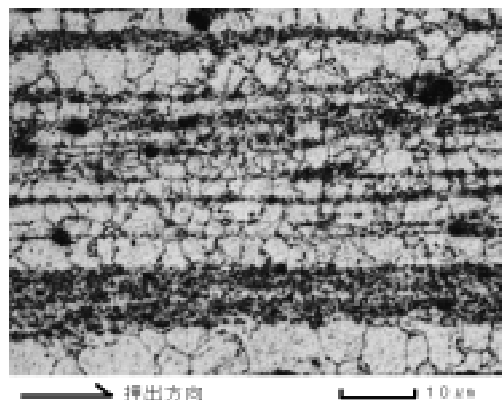


図1 2vol%SiC粒子を添加した押出材の組織

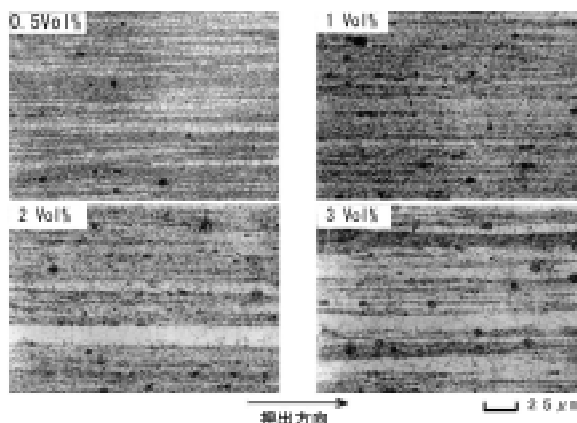


図2 各SiC粒子添加量における組織

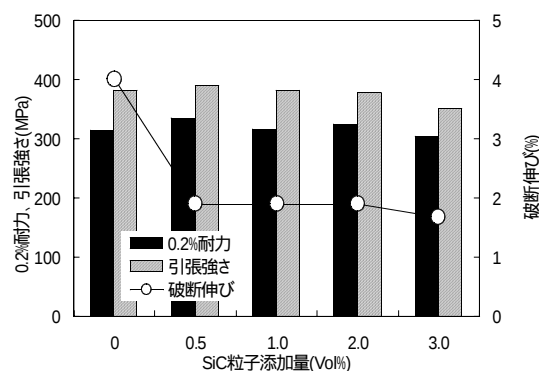


図3 SiC粒子添加量と引張強さ、0.2%耐力及び伸びの関係

きにそれぞれ391MPa、334MPaと最大値を示し、それ以上の添加量では減少した。また、無添加材に比べ、0.5vol%添加材は引張強さ及び0.2%耐力がそれぞれ5%、10%増加し、SiC粒子添加による効果がみられた。一方、伸びは、SiC粒子添加によりいずれの場合も4%から2%に減少した。

これらのことから、本実験の攪拌条件の範囲内では、機械的強度において、SiC粒子の3vol%程度の添加量では、添加量に0.5%付近に最適範囲があることが分かった。

3.1.2 摩耗特性

押出材のSiC粒子添加量と比摩耗量との関係を図4に示す。摩擦速度0.20、0.45m/sともにSiC粒子の添加量が増すと比摩耗量が減少し、3vol%SiC材では、無添加材に比べ50%減となり、耐摩耗性の向上が図られた。

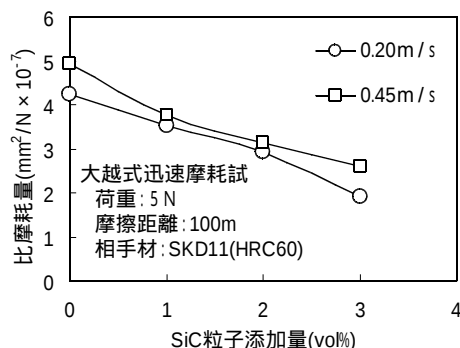


図4 SiC粒子添加量と比摩耗量の関係

3.1.3 高温硬さ

引張試験で、最も高い強度を示した、0.5vol%SiC材を中心に、高温硬さ試験を行った。固相率0%、13%材及び0.5vol%SiC材と比較した高温硬さ試験結果を図5に示す。なお、ここでは前報で作製した固相率0%材のデータも併せて記載した。

まず、0.5vol%SiC材と固相率13%材を比較すると、室温から473Kまでは0.5vol%SiC材の硬さが高く、それ以上ではほとんど差がなかった。このことは、473Kまでは、SiC粒子の分散硬化によるため、また、473K以上では、SiC粒子による結晶粒の肥大化の抑止効果が減少した結果、ほぼ同等になったと思われる³⁾。

次に、固相率0%材と固相率13%材との比較では、0%に比べ13%の方が、硬さが高くなった。このことは、初晶の晶出による共晶部の微細化¹⁾のため、平均粒径の著しい微細化が促進され¹⁾、13%材が0%に比べ強化された

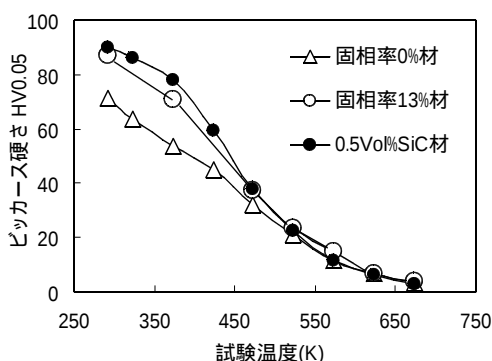


図5 高温硬さ試験結果

考えられる。

これらのことから、0.5vol%SiC材は、SiC粒子の添加効果と半凝固による結晶粒微細化の相乗効果により、高

温での強度が向上することが分かった。

3.1.4 高温変形特性

一般に、超塑性特性は、試料の結晶粒の大きさ、試験温度及びひずみ速度に影響される。超塑性の特徴である低い変形抵抗と高い伸びが得られる試験温度の影響について検討した。図6は、0.5vol%SiC材における試験温度と引張強さ、及び破断伸びの関係を示す。試験温度の上昇とともに引張強さが低下し、逆に伸びは475Kから急激に増加し650K～700Kにピークが見られた。超塑性の発現温度は工業的には低いほど有利であることから、試験温度は648Kとした。

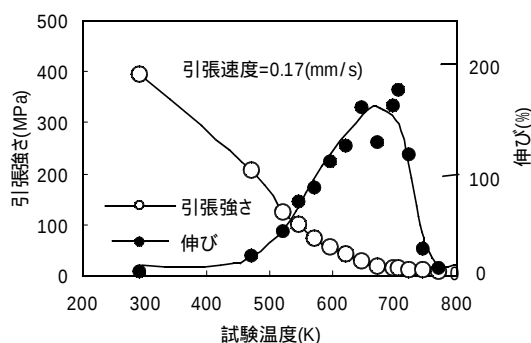


図6 試験温度と引張強さ、伸びの関係

図7は、試験温度648Kにおける0.5vol%SiC材と固相率13%材の変形応力とひずみ速度の関係を示す。いずれも $2.5 \times 10^{-3} \sim 7 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 領域で直線関係が得られ、直線の傾き、すなわち、ひずみ速度感受性指数 m 値は、0.5vol%SiC材で0.30、固相率13%では0.32であった⁶⁾。

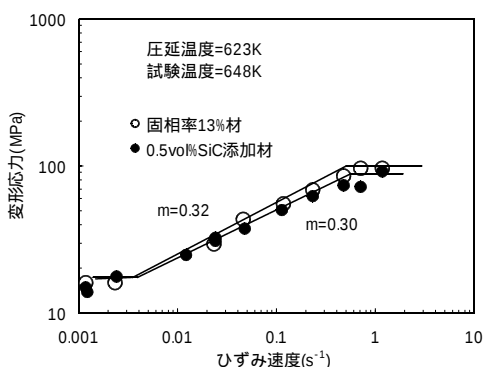


図7 ひずみ応力と変形応力の関係

図8は、この場合の全伸びとひずみ速度との関係を示す。最大伸びを示す最適ひずみ速度は、0.5vol%SiC材では $1.2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 、固相率13%材では $4.8 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ であった。これらのことからいずれの材料も高速超塑性を発現していることが分かる。

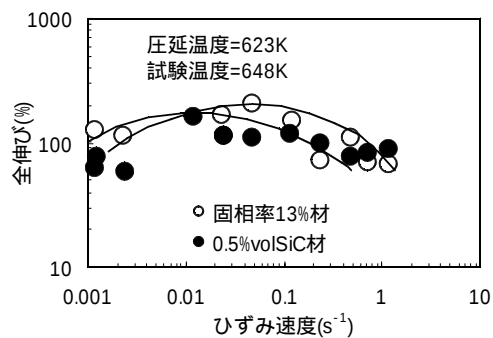


図8 ひずみ速度と全伸びの関係

これまで報告されているAZ91Dマグネシウム合金の超塑性特性^{4), 5)}の最適ひずみ速度が $10^{-4} \sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ と低速であるのに対し、本実験データは 10^{-2} s^{-1} 以上と高速であり、工業的に利用価値が高いことが分かった。

3.2 板状金型への成形性

図9に、溶湯温度883Kのマグネシウム合金の溶湯充填度と射出速度の関係を示す。ここで、充填度は、金型への完全充填した成形品の重量を1として表す指標で評価した。射出速度2m/s未満の遅い場合と6m/s以上の速い速度で、充填率が低下し、射出速度2～5m/sで、良好な成形体を得られた。ここでは溶湯温度が883Kであり、半凝固溶湯温度の868Kで成形するには、より高速な射出速度5m/sが必要であった。

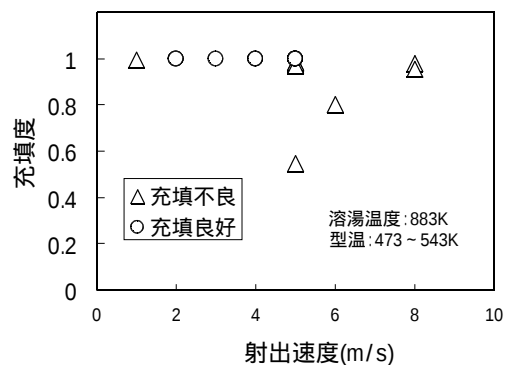


図9 板状金型への射出速度と溶湯充填度の関係

一般に成形の良否は金型及び溶湯の温度条件に大きく左右される。図10は、射出速度5m/s一定として溶湯温度、金型温度を変えたときの充填度を調べた結果を示す。データのバラツキも見られるが、射出速度5m/sのとき溶湯温度863K以上、金型温度463K以上ならば良好な成形体を得られることが分かる。図11に射出速度5m/s、溶湯温度863K、金型温度483Kで casting した平板金型による試作品を示す。

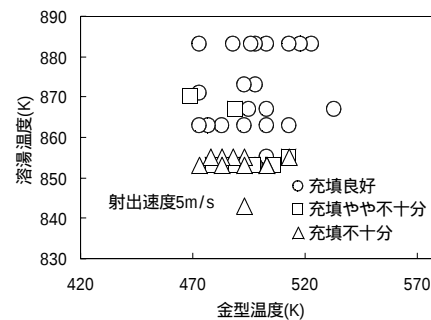


図10 溶湯温度と金型温度が成形状態に及ぼす影響



図11 板状金型による試作品

(射出速度5m/s、溶湯温度863K、
金型温度483K)

4. 結び

AZ91Dマグネシウム合金の機能強化を図るため、少量のSiC粒子を添加した半凝固のAZ91Dマグネシウム合金を作製し、加工熱処理した。その結果、引張特性、耐摩耗性、耐熱性及び高速超塑性の発現などの機能を強化もしくは付与した材料が得られた。この技術で押出加工材、圧延加工材を作製し、特に高速超塑性を利用した曲げや絞りなどの加工が可能となり、多品種少量生産に対応し、軽量高比強度な部品や構造部材が製造できると思われる。

文献

- 1) 長田, 彦坂, 木村, 黒澤: 愛知県産業技術研究所研究報告, **1**, 9(2002)
- 2) 秋山茂: 鋳物; **66**, 38(1994)
- 3) 渡辺, 齋藤, 菅原: 基礎材料工学, P120, 共立出版
- 4) M. Mabuchi, K. Amemiya, H. Iwasaki, K. Higashi: *Acta Mater.*, **4**, 2047(1999)
- 5) J.K. Solberg, J. Torkle, O. Bauger, H. Gjostland: *Mater. Sci. Eng.*, **A134**, 1201(1991)
- 6) 超塑性研究会: 超塑性と金属加工技術, P4(1980), 日刊工業新聞社