成形ベルトを付加したメルトドラッグ法による AZ31 マグネシウム合金のストリップキャスティング

西田 進一*・本村 貢**

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 56, No. 10 (2006), pp. 509-513

Strip casting of AZ31 magnesium alloy by the melt drag process equipped with a forming belt

Shinichi NISHIDA* and Mitsugu MOTOMURA**

The purpose of this study is to continuously produce a good AZ31 magnesium alloy strip directly from molten metal magnesium by melt drag process. The forming belt was attached on the free solidified surface side of melt drag process to cast magnesium alloy strip at higher roll speed than that of the normal melt drag process. The experiment description is that the AZ31 magnesium alloy was molten and the strip was cast by melt drag process with forming belt. In this study, the effects of several factors, such as, the roll speed, the meniscus position and the protective gas in experimental device on the continuity and the surface quality of strip, the strip thickness and the microstructure were investigated. As a result, producing rapidly solidified AZ31 magnesium alloy strip without oxidization in high roll speed up to 100 m/min by this process is possible. And the relationship between the strip thickness and the crystal grain size was investigated. The thinner the strip thickness is, the finer the crystal grain size is. Obtained minimum crystal grain size is 72 μm . The strip produced in this process can be rolled without defect. Tensile strength of the rolled strip is 303 MPa.

(Received February 7, 2006 Accepted July 27, 2006)

Keywords: AZ31 magnesium alloy, continuous strip casting, rapid solidification, melt drag process, forming belt

1. 緒 言

マグネシウム合金は、その軽量を始めとした優れた諸特性を持ち、アルミニウム合金に続く次世代の構造用金属材料として期待されている。しかし、プレス材となる板材の価格が高いために市場が発展しないという問題を抱えている。この理由は、マグネシウム合金は良質な圧延材を得難く、温間以上の圧延が必要なためである^{1)~3)}。マグネシウム合金の普及のためには、広幅で安価、かつ、常温での成形性や機械的性質に優れたマグネシウム合金の板材を作製するための技術開発が必要不可欠であるといえる。

マグネシウム合金の板材を作製する方法の一つとして、薄板連続鋳造法が挙げられる。溶湯から直接薄板を製造する双ロール薄板連続鋳造プロセスが1865年にH. Bessemerにより提案^{4),5)}されて以来、主にステンレス鋼やアルミニウム合金について多くの研究・開発^{6)~15)}がされている。近年、主に双ロール法によるマグネシウム合金の薄板連続鋳造に関する研究が報告^{16)~25)}されている。

薄板連続鋳造プロセスでは多くのプロセスが考案され研究されているが、これらは双ロール法と単ロール法に大別することができる。メルトドラッグ法は単ロール法の一つであり、

アメリカのBattele Development Corp.で考案²⁶⁾された。双ロール法と比べ多くの利点があるが、メルトドラッグ法^{27)~31)}によってマグネシウム合金の薄板を作製したという報告例は少なく^{32)~34)}、様々な問題を抱えているのが現状である。

メルトドラッグ法によるマグネシウム合金薄板の作製における課題として、溶湯の酸化防止、結晶粒径の微細化、高速下での掻き上げ状況と板幅の安定化、自由凝固側表面性状の改善、が挙げられる。それぞれの原因は、薄板が高温のまま装置外の大気中へ排出されていること、薄板がノズルから掻き上がった直後にロールから剥離していること、高速下では冷却時間が減少することにより薄板がブレイクアウトしてしまうこと、メルトドラッグ法は単ロール法であるためロール接触側とは逆側の自由凝固面性状がフラットではないこと、がこれまでの観察³³⁾より判明している。AZ31 マグネシウム合金のメルトドラッグ法におけるロール周速に対する薄板の作製状態の模式図をFig. 1に示す

本研究では、これらの問題を解決するため、薄板のロールへの拘束時間を長くし、冷却時間を増加させ、かつ、表面に成形する方法が効果的であると考え、メルトドラッグ法に成形ベルトを付加した方法を応用し、マグネシウム溶湯に適した実験装置を設計製作し、AZ31 マグネシウム合金を用いて

* 早稲田大学大学院理工学研究科機械工学専攻、大学院生 (〒169-8555 東京都新宿区大久保 3-4-1)。Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering & Science, Waseda University, Graduate Student (3-4-1 Okubo, Shinjuku-ku, Tokyo 169-8555)。

** 早稲田大学理工学部機械工学科 (東京都)。Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering & Science, Waseda University (Shinjuku-ku, Tokyo)。

Fig. 1 The effect of the roll speed on the production of strips by single roll melt drag process.

薄板作製を行った。本研究では、ロール周速、液面位置、保護ガスが、薄板の表面性状、板厚、断面組織に与える影響を調査した。また作製した薄板を圧延し機械的性質を調査した。

2. 実験方法

実験装置の概要と名称を Fig. 2 に示す。実験装置は、単ロールのメルトドラッグ法実験装置に成形ベルトを取り付けたものであり、ベルトの駆動はロールと同期している。成形ベルトは着脱可能で、単ロール法の実験をすることも可能である。

成形ベルトは、幅 100mm、厚さ 0.6mm の鋼帯 (SK5) を輪状にしたもので、4つのプーリーに掛けられている。成形ベルトの張力はテンションプーリーに付けられたばねにより調節でき、成形ベルトとロールとの間の圧力 (成形圧力) は成形ベルトの張力を操作することで調節した。成形ベルトとロール間の単位面積あたりの最大圧力 $P_{\max}$ を 40kPa 程度に設定し実験を行った。成形ベルトには水冷等の冷却を行っていない。

ロール寸法は直径 300mm、幅 200mm、材質は無酸素銅の中空円筒で、内壁を循環水により冷却している。成形ベルトとロール間にサイドダムやロールに溝を設けるなどはしておらず、自由凝固面側に存在する未凝固層を成形する場合に、溶湯の側方への流動の拘束はしていない。実験開始時はロールとベルトは接触させた状態である。

マグネシウムの溶湯は非常に活性であるため、大気中で実験を行うことは非常に困難かつ危険である。そのため、溶湯周辺 (るつぽからロールに至るまで) にカバーを設置し、内部には保護ガスを充填した。使用した保護ガスは、Ar のみ、Ar+SF₆ の混合ガスの 2 種類である。Ar の流量は 20l/min、SF₆ の流量は 0.1l/min とした。SF₆ の濃度は通常の溶解に使用されている濃度である 0.3% とした。なお、成形ベルトを使用しているため、完全に密閉することは現実的ではなく、本装置のベルト出入口部はベルトがちょうど通過できるだけの隙間を設けた。

ノズルはけい酸カルシウム系の断熱材で作製し、タルクと

Fig. 2 The schematic illustration of the melt drag process equipped with a forming belt.

水ガラスを混合したものを塗布し焼き固めた。ノズル幅は 30mm と 60mm、溶湯高さ (h) は 15mm, 25mm, 35mm とした。るつぽからノズルへと溶湯を注ぐ温度である注湯温度は 700~770°C とした。液面位置 (H) は安全のため溶湯がロール頂点部を越えて流れないように 90~145mm に設定した。ロール周速は 20~200m/min、成形ベルト位置 θ_1 は 30 deg、成形ベルト接触角 θ_2 は 150 deg とした。実験試料には、展伸用マグネシウム合金である AZ31 を用いた。

圧延時、作製した薄板を圧延機脇の加熱炉で 400°C に加熱した。リダクションは 10% とした。圧延ロールは加熱しておらず、潤滑油等も使用していない。引張試験は JIS Z 2241 に準じて行った。試験片の形状は 13B、標点距離 L は 50mm とした。板厚は、幅方向に均等に 5 点、1 実験条件につき 3 サンプル、計 15 点を測定し、その平均を平均板厚とした。断面組織は研磨後、エッチングし観察した。エッチング液の各溶剤量は、ピクリン酸 4.2g、エタノール 70ml、氷酢酸 10ml、水 10ml とし、15 秒間のエッチングを行った。

3. 実験結果および考察

3.1 成形ベルト付加メルトドラッグ法の薄板作製実験

作製した薄板の写真を Fig. 3 に示す。Fig. 3 上段は、Ar のみを使用して作製した薄板、下段は Ar+SF₆ を使用して作製した薄板である。注湯温度は 740°C である。Fig. 3 の各記号の説明を以下に示す。

◎：板幅が安定し、連続的に薄板が作製できた。

○：板幅が不安定であり、不連続的に薄板が作製できた。

△：フレック状の薄板が作製できた。

Fig. 3 The photograph of the forming belt surface side of the produced strips. Meniscus position: 100 mm. Molten metal height: 25 mm. ◎: Strip was produced continuously and the width was stable. ○: Strip was produced discontinuously and the width was unstable. △: Strip was flaky. ×: Strip was not produced.

×: 溶湯がまったく掻き上がらず、薄板が作製できなかった。

成形ベルトを付加した本装置を用いることにより、ロール周速 50 m/min においても、Ar のみであるにもかかわらず酸化が比較的抑えられ板幅が安定した薄板を作製することが可能になった。部分的に酸化している箇所があるが、これは、板厚のばらつきが原因で、薄板と成形ベルトの間に隙間が存在することが原因であると考えられる。本装置において、Ar+SF₆を使用した場合、薄板の酸化はほぼ完全に抑えられていることがわかる。このように薄板の冷却と実験装置内の保護ガスを検討することで、全面的に金属光沢を持つ薄板を作製することが可能である。

ロール周速 50 m/min 以上では、Ar のみでは板幅が安定した薄板を連続的に作製することは困難であることがわかる。一方、Ar+SF₆を使用した場合、ロール周速 100 m/min においても板幅が安定した薄板を連続的に作製することが可能であった。その理由について、メルトドラッグ法は溶湯がロールに接触し凝固した後、掻き上がるプロセスであるため、ロールと接触する溶湯面の酸化を抑えることで溶湯とロールの接触状態が改善され、安定した掻き上げが得られると考えられる。ロール周速 200 m/min では、部分的に穴が開いた薄板が作製された。薄板のロール接触面側を観察すると、非常に滑らかな部分と、ざらついた部分が板幅方向、長手方向に不定期に現れている。前者は溶湯とロールの接触状態が良好であった部分、後者は接触不良であった部分であると考えられ、接触不良の部分は板厚が薄くなっている。ロール周速 200 m/min では、後者の接触不良部分の溶湯が凝固しなかったためにこのような穴あき状の薄板が作製されたと考えられる。また、いずれの条件においても成形ベルトによって薄板表面全面が成形された薄板は観察されなかった。

Fig. 4 に、注湯温度、溶湯高さ 15 mm におけるロール周速と液面位置の関係を示す。グラフ中の各記号は Fig. 3 と対応している。グラフより、液面位置が低い条件、かつ、ロール周速が低い条件の方が薄板が作製されやすいことがわかる。ロール周速が速い条件では、溶湯の凝固が追いつかず部分的に未凝固の状態で掻き上がるためフレーク状になると考えら

Fig. 4 The effect of roll speed and meniscus position on the production of strips. ◎: Continuous strip production with steady width is possible. ○: Discontinuous strip production with unsteady width is possible. △: Flaky strip production is possible. ×: Strip production is impossible.

Fig. 5 The relationship between the contact time and the strip thickness.

れる。また、一般に液面位置が高くなると、溶湯とロールの接触長さが長くなり、板が厚くなる。板が厚いとき、掻き上がった後、凝固が完了しない場合、薄板はフレーク状となる。また、接触長さが長くなることにより、ノズル内の溶湯温度低下が著しくなり、安定したノズル内溶湯温度を得ることが困難となる。マグネシウム合金のメルトドラッグ法において連続的に健全な薄板を作製するためには、溶湯を連続的に凝固し掻き上げ、ロール上で薄板を完全に凝固させること、ノズル内溶湯温度を正確に制御すること、が重要である。

続いて、溶湯とロールとの接触時間と板厚の関係について調査を行った。得られた関係を **Fig. 5** に示す。今回の調査では、実験条件がロール周速 30 m/min、液面位置 145 mm、溶湯高さ 35 mm、注湯温度 740°C のとき、平均板厚が 2 mm と最も大きな値を示した。接触時間は、ロール周速、ロール半径、液面位置、溶湯高さから算出される。**Fig. 5** より、接触時間の (1/2) 乗と板厚は線形の関係にあることがわかる。したがって、実験条件から板厚を推測することが可能である。

ロール周速 30, 100 m/min で作製された薄板断面組織写真を **Fig. 6** に示す。若干ではあるが、凝固ロール接触面近傍の結晶粒径が小さくなっている。またロール面側とベルト面側の凝固層の接合境界は存在しない。板厚と結晶粒径の関係を **Fig. 7** に示す。最小平均結晶粒径は 72 μm だった。実験装置内保護ガスの影響であるが、Ar のみのときと比較し、Ar+SF₆ のとき結晶粒径が微細化する傾向を得た。溶湯のロール接触面の酸化を抑えることにより、溶湯とロールとの接触状態が改善され、ロールへの抜熱量が大きくなり、薄板の冷却速度

Fig. 6 The microstructures produced at roll speed of 30 and 100 m/min.

Fig. 7 The relationship between strip thickness and crystal grain size.

が増加したためと考えられる。また、板厚が減少するにつれ、結晶粒径も微細化されるという傾向を得た。Fig. 6 から凝固ロール接触面近傍の結晶粒は細かく、ロールから離れるほど結晶粒は大きくなる。したがって平均結晶粒径は、板が薄いほど小さくなる。メルトドラッグ法は双ロール薄板連続铸造法と異なり塑性加工を伴わない铸造プロセスである。したがって、薄板連続铸造において塑性加工の影響を除いた微細組織を調査することが可能であり、また後工程を踏まえた結晶粒微細化を検討することが重要である。

3.2 薄板の圧延と引張試験

平均板厚 2.0 mm の薄板の圧延を行った。薄板の作製条件は、ロール周速 30 m/min, 注湯温度 740°C, 液面位置 145 mm, 溶湯高さ 35 mm, 保護ガス Ar+SF₆ である。铸造まま材の結晶粒径は 300 μm 以上であった。板厚が 1.0 mm (サンプル A), 0.6 mm (サンプル B), 0.4 mm (サンプル C) になったときの断面組織を観察した。サンプル A, B, C は圧

Fig. 8 The strips of after rolling.

Fig. 9 The microstructures of after rolling.

延まま材である。

圧延後の薄板の写真を Fig. 8 に示す。エッジ部に割れが見られるが、サンプル A で発生した割れはその後進展することもなく、大きな反りなども見られなく良好に圧延を行うことができた。板厚も 2.0 mm から 0.4 mm まで約 80% の板厚減少率を得ることができた。

断面組織観察写真を Fig. 9 に示す。いずれのサンプルも平均結晶粒径は約 10 μm 程度となっている。しかし、リダクションが大きくなるにつれて結晶粒径が微細化しているわけではなく、その理由としては、再結晶温度以上まで繰返し加

熱したためと考えられる。

鑄造まま材と圧延後のサンプルCの引張試験を行った。鑄造まま材の引張強さは113MPa、伸びは2%だった。サンプルCの引張強さは303MPa、伸びは2%だった。鑄造まま材の引張強さと伸びが低いことについて、鑄造まま材は板厚分布が平坦ではなく、応力集中が生じている可能性があり、また微細な割れなどが生じている可能性があることが原因と考えられる。サンプルCの伸びが低いことについて、圧延時に薄板を400°Cに加熱しているが、圧延ロールは加熱しておらず、実際には温間もしくは冷間圧延の状態になっており、加工硬化が全体にわたっていることが原因と考えられる。適切な熱処理を行うことにより、十分な伸びを得ることは可能であると考えられる。

4. 結 言

薄板連続鑄造法の一つである単ロールメルトドラッグ法の欠点を改善するとともに、利点を拡大するために成形ベルトを装備したメルトドラッグ法をAZ31 マグネシウム合金へ適用し、問題点の改善を試みた結果、以下の成果が得られた。

(1) メルトドラッグ法に成形ベルトを付加することにより、薄板の冷却状態が改善されロール周速100m/min以上での高速下における薄板作製が可能となる。また、保護ガスの検討により、溶湯のロール接触面の酸化を抑えることが薄板の連続作製のために非常に有効である。

(2) ロール周速と液面位置の関係を調査した結果、ロール周速が遅く、液面位置が低い条件において、板幅が安定し連続的に良好な薄板が得られる。

(3) 溶湯とロールの接触時間と板厚の関係を調査した結果、実験条件から板厚を推測することが可能である。また、板厚と結晶粒径の関係を調査した結果、板厚が薄いほど板の冷却速度が増加し結晶粒径が微細化される。溶湯とロールとの接触状態が結晶粒径に大きく影響を与える。得られた最小平均結晶粒径は72 μ mである。

(4) 本プロセスによって作製した薄板を圧延することは可能である。圧延材は特に大きな割れを生じることもなく、引張試験の結果、引張強さは303MPaである。

最後になりましたが、実験材料を御試供いただいた三協アルミニウム工業株式会社、並びに、実験に協力してくださった本学学生、藤澤 明氏、栗田昌典氏、木原大介氏、原 啓介氏に深く感謝の意を表します。

参 考 文 献

1) 日本マグネシウム協会：マグネシウム技術便覧，カロス出版，

(2000)，241-245.
 2) 日本塑性加工学会：マグネシウム加工技術，コロナ社，(2004)，60-73.
 3) 渋谷将行：素形材，**46** (2005)，13-18.
 4) H. Bessemer: U. S. Patent, 49053 (1865).
 5) H. Bessemer: JOURNAL OF METALS, NOVEMBER (1965)，1189-1191.
 6) K. Shibuya, M. Ozawa: ISIJ International, **31** (1991)，661-668.
 7) N. Zapuskalov: ISIJ International, **43** (2003)，1115-1127.
 8) D. J. Monaghan, M.B.Henderson, J. D. Hunt and D. V. Edmonds: Journal of metals, **34** (1982)，70-75.
 9) T. Haga and K. Takahashi: Journal of materials processing technology, 157/158 (2004)，706-711.
 10) T. Haga, K. Takahashi, M.Ikawa and H. Watari: Journal of materials processing technology, 153/154 (2004)，42-47.
 11) K. Suzuki, S. Kumai, Y. Saito, A. Sato and T. Haga: Materials transactions, **45** (2004)，403-406.
 12) T. Haga, M. Ikawa and S. Kumai: Transactions of the Materials Research Society of Japan, **29** (2004)，1823-1828.
 13) Young S. Park, Sang B. Lee and Nack J. Kim: Materials transactions, **44** (2003)，2617-2624.
 14) 熊井真次，鈴木健太，小林 慶，Z. Hong，羽賀俊雄：軽金属，**55** (2005)，500-506.
 15) 羽賀俊雄：塑性と加工，**41** (2000)，1231-1236.
 16) E. Bernhard: Light metal age, **63** (2005)，14-19.
 17) HU. Xiao-Dong, JU. Dong-Ying and ZHAO. Hong-Yang：埼玉工業大学若手研究フォーラム論文集，**3** (2005)，91-96.
 18) Y. Tanno, M.Asakawa, D. Lee, K. Matsuzaki and M. Kobayashi：M&P2005, (2005)，NTM-05.
 19) 城戸太司，茂木徹一：第108回春期大会講演概要，軽金属学会 (2005)，149-150.
 20) 権田源太郎，権田善夫，津崎二三雄：アルトピア，**35** (2005)，9-15.
 21) H. Palkowski and L. Wondraczek: Zeitschrift fur Metallkunde, **95** (2004)，1080-1086.
 22) H. Watari, S. Izawa, K. Davey, M. T. Rasgado and T. Haga: Journal of materials processing technology, 155/156 (2004)，1662-1667.
 23) D. Liang, C. B. Cowley: JOM, **56** (2004)，26-28.
 24) A. Ditze and K. Schwerdtfeger: Scandinavian journal of metallurgy, **32** (2003)，311-316.
 25) R. E. Brown: Light metal age, **60** (2002)，80-83.
 26) James R. Bibler and Richard A. Gleixner: U. S. Patent, 4842040 (1989).
 27) 鈴木進補，羽賀俊雄，本村 貢：軽金属，**47** (1997)，638-643.
 28) 鈴木進補，羽賀俊雄，本村 貢：軽金属，**47** (1997)，632-637.
 29) 鈴木進補，羽賀俊雄，本村 貢：軽金属，**45** (1995)，685-690.
 30) 羽賀俊雄，本村 貢，鈴木進補，A. Munaf：軽金属，**44** (1994)，498-503.
 31) 羽賀俊雄，本村 貢，鈴木進補，A. Munaf：軽金属，**44** (1994)，136-141.
 32) 西田進一，大川 翔，関根順也，本村 貢：第109回秋期大会講演概要，軽金属学会 (2005)，25-26.
 33) 西田進一，本村 貢：軽金属，**55** (2005)，315-320.
 34) S. Nishida, T. Yamazaki, N. Ishikawa and M. Motomura: M&P2005, (2005)，CAS-09.