高周波誘導加熱を用いた Al-Mg 系合金の半熔融状態の力学特性取得法の開発

座間 淳志*・中澤 嵩**・利光 万弘***・吉田 誠****

Journal of The Japan Institute of Light Metals, Vol. 61, No. 5 (2011), pp. 181-186

Development of method for measuring mechanical properties of semi-liquid Al-Mg alloy by high frequency induction heating

Atsushi ZAMA*, Takashi NAKAZAWA**, Kazuhiro TOSHIMITSU*** and Makoto YOSHIDA****

Solidification cracking is one of the defects of casting. In order to increase productivity of DC casting and various shape casting processes, predicting the occurrence of solidification cracking by using CAE (Computer Aided Engineering) should be essential. Therefore, it is necessary to obtain mechanical properties of solid-liquid coexistence alloys. However, in the previous reports, flat distribution of temperature in the gage length was not ensured. In this study, tensile test device for a semi-liquid Al-Mg alloy with 2°C of the temperature distribution in the gage length (Max. 10 mm) was developed. Tensile strain was measured by using *in-situ* observation of marker on the surface of the specimen. As the result, stress-strain curves and fracture strain in various temperatures on the semi-liquid Al-4.3mass%Mg alloy were measured. It is also found that tensile strain tends to be higher at neighborhood of the crack. Thus, strain depends on the gage length. From the observation of the fracture surface and estimation of Scheil-Gulliver micro-segregation, microstructure of the specimen were supposed to change due to the heating process.

(Received May 19, 2010 Accepted February 17, 2011)

Keywords: solidification, cracking, hot tear, die-casting, direct-chill casting

1. 緒 言

自動車の軽量化に向けてエンジン・駆動系部品はもとより、Bピラーやインナードアなどの大型車体部品へのアルミニウム合金やマグネシウム合金ダイカストの適用が進められている。しかし合金組成や鑄造条件によってはダイカストや半連続鑄造時に凝固割れが発生することが問題となっている。そこで凝固割れの予測および製造プロセス上での制御が求められている。

CAE (Computer Aided Engineering) を用いて凝固割れの発生の予測を試みる際に、固液共存状態における応力-ひずみ曲線および破断ひずみは必須である。著者らは固液共存状態における力学特性の取得法^{1)~20)}に関する調査をし、従来行われてきた引張試験方法の問題点を抽出した^{2),3)}。

これまで半熔融状態で引張試験を行う場合、グリーブル (Gleeble) 試験機を用いることが主であった^{10)~14)}。しかしグリーブル試験機を用いた引張試験方法には以下の課題が挙げられる。

(1) 試験片に直接電気を流し、電気抵抗による加熱を行っている。このとき試験片の両端は試験機に拘束されているため、試験片は加熱時の熱膨張により圧縮変形を受けてしまう。この対策を講じている例はほとんどない。

(2) ひずみを取得する際に標点間での均熱を保証している報告は皆無である。つまり、ひずみを取得したとは言いがたい。

そこで本研究では高周波誘導加熱装置を用いて、上記の問題点を解決するための引張試験方法の検討を行った。また高速度ビデオカメラを用いて試験片の破断の挙動を可視化し、画像解析からひずみを取得する方法の検討も行った。そして半熔融状態における応力-ひずみ曲線および破断ひずみの取得を試みた。

2. 実験方法

2.1 供試材料

AC7A アルミニウム合金にほぼ準じた Al-Mg 系合金を用いて引張試験を行った。供試材料の組成を Table 1 に示す。試験片に関しては、まず銅舟型を用いてインゴットを作製した。

* 早稲田大学大学院創造理工学研究科総合機械工学専攻大学院生 (〒169-8555 東京都新宿区大久保3-4-1) [現在: いすゞ自動車株式会社]。Graduate Student, Major in Modern Mechanical Engineering, Graduate School of Creative Science and Engineering, Waseda University (3-4-1 Okubo, Shinjuku-ku, Tokyo 169-8555) [Present: Isuzu Motors Ltd.]

** 早稲田大学大学院理工学研究科環境資源及材料理工学専攻物質材料理工学専門分野大学院生 (東京都) [現在: 三菱重工業株式会社]。Graduate Student, Major in Materials Science and Engineering, Graduate School of Science and Engineering, Waseda University (Shinjuku-ku, Tokyo) [Present: Mitsubishi Heavy Industries, Ltd.]

*** 早稲田大学大学院創造理工学研究科総合機械工学専攻大学院生 (東京都)。Graduate Student, Major in Modern Mechanical Engineering, Graduate School of Creative Science and Engineering, Waseda University (Shinjuku-ku, Tokyo)。

**** 早稲田大学各務記念材料技術研究所 (東京都)。Kagami Memorial Research Institute for Materials Science and Technology, Waseda University (Shinjuku-ku, Tokyo)。

Table 1 Chemical compositions of Al-Mg alloy

Composition	Cu	Si	Mg	Zn	Fe	Mn	Ni	Ti	Al
mass%	0.014	0.01	4.33	0.005	0.11	0.92	0.27	0.07	Bal.

Fig. 1 Dimensions of tensile test specimen.

Fig. 2 Microstructure of tensile test specimen.

Fig. 3 Tensile test device for a semi-liquid aluminum alloy.

そしてこのインゴットから機械加工によって Fig. 1 に示す引張試験片を作製した。なおインゴット作製時の冷却速度は約 10°C/s である。また引張試験片の凝固組織を Fig. 2 に示す。

2.2 半熔融状態のアルミニウム合金の引張試験装置の特徴

高周波誘導加熱を用いた半熔融状態の引張試験装置の概略図を Fig. 3 (a) に示す。この装置の特徴として以下の3点が挙げられる。

(1) 加熱中に試験片表面が酸化することを防ぐ必要がある。そのため温度調節機能付きのエアヒータを用いてアルゴンガスを熱し、約 200°C のアルゴンガス雰囲気中で引張試験を行うようにした。

Fig. 4 Micro-Vickers markers on the surface of the specimen.

(2) 加熱時の試験片の膨張によって発生する圧縮変形を防止する必要がある。そこで Fig. 3 (b) に示すように試験片下部を自由にして、ナットとキャップ部が接触した時点で引張を開始する構造にした。

(3) 高速度ビデオカメラを用いて試験片の破断の挙動を可視化し、応力測定との時間同期をすることで、応力-ひずみ曲線を取得した。

2.3 引張試験装置・方法

高周波誘導加熱によって試験片を加熱し、目標温度到達後に引張速度 50 mm/min で引張試験を行った。

応力はロードセル（定格容量 100 kgf , B 型 120801, 三栄電気株式会社）に動ひずみ測定器（AS2503, NEC Avio 赤外線テクノロジー株式会社）を介して計測した荷重を、標点間における試験片断面積で除することで算出した。

ひずみは試験片表面に 0.5 mm 間隔でつけたビッカース圧痕をマークとし、高速度ビデオカメラ（FASTCAM-1024PCI, 株式会社フォトン）による撮影画像から標点間での変位を測定して算出した。Fig. 4 に試験片の撮影画像を示す。撮影条件は解像度 $512\text{ pixels} \times 128\text{ pixels}$, 撮影視野 3.4 mm （縦） $\times 0.9\text{ mm}$ （横）, 分解能 $6.8\text{ }\mu\text{m} \times 6.8\text{ }\mu\text{m}$, 撮影速度 $10,000\text{ frames/s}$, 対物レンズ倍率 2.5 倍である。なお対物レンズはマクロズームレンズ（Z16APO, Leica Camera AG 社）を使用した。

続いて破断ひずみの取得方法について述べる。まず、き裂発生部を挟んだ2点のマーカの引張開始前での間隔 L_0 を標点間距離とする。そして引張開始から破断するまでの2点のマーカの間隔 L を画像解析ソフト（DIPP-MOTION 2D, 株式会社ディテクト）を用いて測定する。このとき引張開始後の2つのマーカの変位は Fig. 5 のようになる。引張開始とともに可破断部の上側, 下側のマーカの変位はともに増加している。その後下側の変位は急激に増大し, 上側の変位は急激に減少する。本研究では上側の変位が最大となった時点を引き裂発生の瞬間とした。そして引き裂発生時に測定したひずみを破断ひずみとした。

Fig. 5 Definition of crack initiation.

Fig. 6 Distribution of temperature at the center of tensile test specimen.

Fig. 7 Change of temperature at the center of tensile test specimen.

2.4 応力とひずみの時間同期方法

データロガーによるデータ収集とカメラ撮影の開始点を一致させれば、応力測定とひずみ測定との時間同期は可能になる。

まずシーケンサ (KV-40AT, 株式会社キーエンス) のスイッチを入れると、電気信号が高速ビデオカメラと引張試験時の応力を測定するデータロガー (NR-500, 株式会社キーエンス) に同時に送られる。

高速ビデオカメラ側では、この信号が送られた瞬間に撮影が開始される。データロガー側では、信号が送られた瞬間にデータロガー上での電圧が変化する。電圧の変化によりデータロガー上でカメラ撮影の開始点が特定でき、応力測定とカメラ撮影の時間同期は可能になる。

2.5 標点間の均熱保証

熱力学計算ソフトウェア (JMatPro ver. 5, ThermoTech 社) を用いて、供試材料の Scheil-Gulliver モデルおよび平衡モデルでの温度と固相率の関係を算出した。その結果、Scheil-Gulliver モデルでの固相線温度は 448°C、平衡モデルでの固相線温度は 576°C となった。このことから供試材料の固相線温度が 448~576°C の間に存在すると推測して、448°C 以上で引張試験を行うことにした。

また本研究ではひずみの取得の際に、固相率の差が $\pm 1\%$ 以内となる温度差を均熱と定義した。熱力学計算ソフトウェ

アを用いて算出した温度と固相率の関係によると、448~600°C の範囲で均熱の条件を満たすためには、標点間における温度差を 2°C 以内にすることが必要である。

続いて試験片の温度分布測定について述べる。まず試験片中心部から +7.5 mm, ± 5.0 mm, 0 mm の計 4 点の位置に $\phi 0.6$, 深さ 5.0 mm の穴を開け、そこに $\phi 0.5$ 接地型極細線シース熱電対を挿入して温度測定を行った。なお試験片中央部から +7.5 mm の位置に挿入した熱電対を制御熱電対とした。

加熱時の試験片中央部 ± 5.0 mm 間の温度分布を Fig. 6 に示す。Fig. 6 より各試験温度における試験片中央部 ± 5.0 mm 間の温度差は 2°C 以内となり、本研究で定めた均熱の条件を満たしていることを確認した。

また 560°C を目標温度としたときの、加熱開始から試験片中央部が目標温度に達するまでの温度履歴を Fig. 7 に示す。Fig. 7 より加熱開始から 180 s 以降になると、試験片中央部の温度変化は目標温度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 以内になった。故に本研究では試験片加熱開始から 180~240 s 後に引張試験を行うことにした。

2.6 破断ひずみの標点間距離依存性

試験片の表面と裏面に 1.0 mm 間隔でビッカース痕を圧入した。そして引張試験時に隣接する 2 つのビッカース圧痕間で生じたひずみを測定した。引張試験後の試験片のひずみ分布を Fig. 8 に示す。また試験片の表裏両面に生じたひずみ分

Fig. 8 Distribution of strain on the surface of the specimen.

Fig. 9 Distribution of strain on the surface of specimen.

布を Fig. 9 に示す。

従来の研究^{2),3)}では研究者によって標点間距離が異なっており、標点間においてひずみが均一であるか否かという点に関しての言及はなされていなかった。Fig. 8よりひずみは試験片の破断部に近づくにつれ増大することが示唆された。また Fig. 9より試験片の表面と裏面では破断の位置が約1.0mm異なっているが、ひずみ分布は両面ともに同様の挙動であることを確認した。このことから引張試験時に、試験片に曲げは発生していないことが示唆された。

次に標点間距離を変量して破断ひずみを取得した。その結果を Fig. 10 に示す。Fig. 10より標点間距離が増大すると、破断ひずみは減少していくことが明らかになった。

なおこの調査に関しては 5056 アルミニウム合金展伸材を供試材料として用いており、Fig. 10中の固相率は熱力学計算ソフトウェア (JMatPro ver. 5, ThermoTech 社) による平衡モデルでの計算結果である。

3. 実験結果

3.1 半溶融状態における力学特性

各試験温度での応力-ひずみ曲線を Fig. 11 に示す。また

Fig. 10 Gauge length dependency of fracture strain for a semi-liquid Aluminum alloy.

Fig. 11 Stress-strain curves of a semi-liquid Al-Mg alloy.

最大引張強さおよび破断ひずみと温度の関係を Fig. 12 に示す。なお有限要素法による CAE を用いる際、メッシュサイズを 1.0~3.0mm 程度と想定したので、標点間距離 0.5~3.5mm におけるひずみを取得した。Fig. 12 (b) で示した破断ひずみは標点間距離 2.0mm の場合である。

Fig. 12 (a), (b) を見ると、最大引張強さは約 560°C 以下から、破断ひずみは約 550~560°C の間で、それぞれの値が急激に増加していることがわかる。従来研究では、固液共存状態から固相線温度に近づくにつれて、最大引張強さおよび延性は急激に増加すると報告されており¹⁴⁾、本研究にて取得した最大引張強さおよび破断ひずみも従来研究と同様の傾向を示すことを確認した。

3.2 破面観察

引張試験後、試験温度から常温になるまで空冷した試験片の破面を観察し、破面の状態から固液共存状態の確認を行った。従来研究では、凝固割れをした破面にはデンドライト自体が破壊された痕跡は観察されず、デンドライト間隙の固化しつつある液膜部でデンドライトが引離されている様子が確認されると報告されている²¹⁾。ここで各引張試験温度における破面の SEM 写真 (S-3000N, 日立製) を Fig. 13 に示す。

Fig. 13 より引張試験温度が 560°C 以上の破面では一つ一つの結晶粒の粒面がはっきりしていることから、粒界に液膜が

Fig. 12 Relationship between mechanical properties and temperature.

Fig. 13 Fracture surface observed by SEM.

Fig. 14 Comparison of fracture surface in specimen observed by SEM.

存在していたことがうかがえる。一方で引張試験温度が550°C以下では破面全体に結晶粒の粒面が見られず、液膜の存在は示唆されなかった。Fig. 12 (a), (b) より最大強度および破断ひずみが560°C以下で急激に増加していることも考慮すると、半溶融引張試験時では550~560°Cの間に固相線温度が存在していることが示唆される。

また高周波誘導加熱では、表皮効果が懸念される。表皮効果とは試験片半径方向において中央部よりも円周部の温度が高くなることである。各部位の温度測定によってこの表皮効果の有無を定量的に評価することは困難であるが、各部位の破面観察結果から定性的に検討した。試験温度590°Cにおける引張試験片の破面をFig. 14に示す。破面上で観察される

液膜の痕跡や粒界における液膜の状態に関して、各部位に変化がほぼ見られず、顕著な表皮効果はないことが示唆された。

3.3 考察

本研究では従来研究の問題^{2),3)}を解決した引張試験方法を開発した。今後はこの手法を用いて、合金組成やひずみ速度が力学特性に与える影響について検討していく。また Fig. 2 には非平衡共晶組織が確認できることから、再加熱前の引張試験片にはマイクロ偏析が存在していたことが示唆される。Scheil-Gulliver モデルにより算出した固相線温度が 448°C であることを考慮すると、半溶融引張試験では再加熱によって試験片のマイクロ組織が軽減していくことが考えられる。このため再加熱による試験片の組織変化の程度や、組織変化が力学特性に及ぼす影響について検討することが必要となる。

4. 結 言

本研究では高周波誘導加熱装置を用いて、グリーン試験機を用いる際に生じていた問題点を解決し、半溶融状態での Al-Mg 系合金の応力-ひずみ曲線および破断ひずみを取得した。本研究の特徴について以下に示す。

(1) 試験片の熱膨張を考慮している従来研究は皆無であった。そこで本研究では試験片の下部を自由にすることで、加熱時の試験片の熱膨張を考慮し、圧縮変形の発生を回避した。

(2) ひずみを取得する際に、標点間において均熱を保証している従来研究は皆無であった。そこで本研究では試験片の標点間で 2°C 以内の均熱を保証した。さらに画像解析からひずみを取得することで半溶融状態における応力-ひずみ曲線および破断ひずみを取得した。

謝 辞

本研究の遂行にあたり、ご指導を賜りました広島大学 篠崎賢二教授、日本軽金属株式会社 北岡山治博士に厚く御礼を申し上げます。

また様々な助言および助力を頂きました、早稲田大学客員教授（現 岐阜大学金型創成技術研究センター教授）山縣裕博士、日本軽金属株式会社 長海博文博士（現 蘇州有色金属研究院）、鈴木 聡氏、リョービ株式会社 浅田 穰博士、古河スカイ株式会社（現 古河テクノロジーサーチ株式会社）大瀧光弘博士、日産自動車株式会社 神戸洋史博士に深甚なる感謝の意を表します。

実験に際し、多くのご協力を頂きました田中浩一郎氏（現 株式会社インクス）、田中宗平氏（現 ボッシュ株式会社）、渡部智也氏（現 東京地下鉄株式会社）に深く感謝致します。

なお本研究の一部は、ヤマハ発動機株式会社から頂いた研究助成、および財団法人浦上奨学会（リョービ株式会社）から頂いた研究助成により実施致しました。関係各位に感謝の意を表します。

参 考 文 献

- 1) D. G. Eskin, Suyitno, L. Katgerman: Progress in Materials Science, **49** (2004), 629-711.
- 2) 渡部智也, 鳥山隆成, 木村亮介, 中澤 嵩, 千葉浩行, 田中宗平, 植木 徹, 吉田 誠: 軽金属, **58** (2008), 395-405.
- 3) 渡部智也, 鳥山隆成, 木村亮介, 中澤 嵩, 千葉浩行, 田中宗平, 植木 徹, 吉田 誠: 軽金属, **58** (2008), 464-472.
- 4) A. R. E. Singer, S. A. Cottrell: J. Inst. Met., **73** (1947), 33-54.
- 5) A. R. E. Singer, P. H. Jennings: J. Inst. Met., **73** (1947), 197-212.
- 6) Novikov I. I.: Goryachelomkost tsvetnykh metallov i splavov, Moscow, Nauka (1966), 299.
- 7) 千々岩健児, 林 守仁: 鋳物, **51** (1979), 270-275.
- 8) 林 守仁: 東海大学紀要工学部, (1982), 105-115.
- 9) C. S. Lin, J. A. Sekhar: Journal of Material Science, **28** (1993), 3581-3588.
- 10) C. S. Lin, J. A. Sekhar: Journal of Material Science, **28** (1993), 3885-3894.
- 11) C. S. Lin, J. A. Sekhar: Journal of Material Science, **29** (1994), 3637-3642.
- 12) C. S. Lin, J. A. Sekhar: Journal of Material Science, **29** (1994), 5005-5013.
- 13) J. A. Spittle, S. G. R. Brown, J. D. James, R. W. Evans: Proc 7th Intern symp. on physical simulation of Casting, Hot Rolling and Welding, Tsukuba National Research Institute for Metals, (1997), 81-91.
- 14) L. J. Colley, M. A. Wells, D. M. Maijer: Materials Science and Engineering A 386 (2004), 140-148.
- 15) Q. Han, M. I. Hassan, S. Viswanathan, K. Saito, S. K. Das: Metallurgical and Materials Transaction A, **36A** (2005), 2073-2080.
- 16) 篠崎賢二: 溶接学会全国大会講演集, **80** (2007), F13-F17.
- 17) Forest. B., S. Bercovici: The Metal Society, (1983), 607.
- 18) Magnin B., L. Katgerman, B. Hannart: Metals & Materials Society, (1995), 303.
- 19) W.-M. van Haaften, W. H. Kool, L. Katgerman: Light Metals 1999, **28** (1999), 239.
- 20) D. J. Soel, Y. M. Won, K. H. Oh, Y. S. Shin, C. H. Yim: ISIJ International, **40** (2000), 356.
- 21) 大滝光弘, 小林敬一, 本間梅夫, 雄谷重夫: 軽金属, **36** (1986), 402-408.